



# Caractérisation thermique de structures composites SiCf/SiC tubulaires pour applications nucléaires

Loys Duquesne

## ► To cite this version:

Loys Duquesne. Caractérisation thermique de structures composites SiCf/SiC tubulaires pour applications nucléaires. Génie des procédés. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2015. Français. NNT : 2015ENAM0052 . tel-01322540v2

**HAL Id: tel-01322540**

**<https://theses.hal.science/tel-01322540v2>**

Submitted on 6 Sep 2016

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n° 432 : Sciences de Métiers de l'Ingénieur

## Doctorat ParisTech

### THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École Nationale Supérieure des Arts et Métiers**

**Spécialité "Génie énergétique"**

*présentée et soutenue publiquement par*

**Loys DUQUESNE**

le 17 décembre 2015

## **Caractérisation thermique de structures composites $SiC_f/SiC$ tubulaires pour applications nucléaires**

Directeur de thèse : **J-C. BATSALE**

Co-directeur de thèse : **G-L. VIGNOLES**

### **Jury**

<b>M. A. SALAZAR,</b>	Professeur, UPV/EHU	Président
<b>M. Y. JANNOT,</b>	Maître de conférence, LEMTA	Rapporteur
<b>M. D. SMITH,</b>	Professeur, SPCTS	Rapporteur
<b>M. J-C. BATSALE,</b>	Professeur, I2M	Examineur
<b>M. G-L. VIGNOLES,</b>	Professeur, Université de Bordeaux	Examineur
<b>M. C. PRADERE,</b>	Chargé de Recherche, CNRS	Examineur
<b>M. C. LORRETTE,</b>	Ingénieur Chercheur, CEA	Invité
<b>M. G. COUEGNAT,</b>	Ingénieur de Recherche, CNRS	Invité



---

## RÉSUMÉ

Les recherches portant sur le développement des composites réfractaires de type  $SiC_f/SiC$  pour application gainage du combustible des réacteurs de génération IV ont conduit le CEA à s'intéresser au comportement thermique de ces matériaux. En particulier, la connaissance des propriétés thermiques représente un des points clés dans la conception des composants. Au regard du concept « sandwich » dont la complexité de structure et la géométrie cylindrique s'éloigne de celle d'éprouvettes planes classiquement utilisées, les méthodes de mesures usuelles ne conviennent pas.

Ce travail de thèse s'intéresse à la caractérisation et à la modélisation du comportement thermique de ces structures. Une première partie du travail concerne l'identification des paramètres thermiques globaux des différentes couches constitutives d'une gaine « sandwich ». Pour cela, une méthode flash est employée et un banc d'expériences adapté aux géométries tubulaires a pu être développé. L'écriture d'un nouveau modèle d'estimation, fondé sur le couplage des signaux recueillis à la fois en face avant et en face arrière, permet aujourd'hui d'accéder par la mesure à la diffusivité thermique des composites tubulaires via la thermographie infrarouge. Dans une seconde partie de la thèse, une démarche matériau virtuel a été mise en place pour décrire le comportement thermique d'une gaine « sandwich » à partir des propriétés des constituants élémentaires (fibres et matrice). Ces propriétés, obtenues avec deux méthodes d'estimation différentes permettant d'exploiter les mesures de deux expériences distinctes basées sur la thermographie infrarouge, sont utilisées comme données pour la modélisation du transfert thermique au sein de ces gaines. Les confrontations réalisées entre campagnes de mesures et expériences numériques permettent finalement d'appréhender le poids des différents facteurs d'influence qui régissent les transferts thermiques.

**Mots-clés :** Composites  $SiC/SiC$ , diffusivité thermique, thermocinétique, modélisation, relation structure-propriétés





---

## ABSTRACT

Researches on the development on SiCf/SiC refractory composites for generation IV nuclear fuel cladding led the CEA to focus on the thermal behavior of these materials. In particular, knowing the thermal properties is essential for their components design. Regarding the development of the "sandwich" concept, whose complexity and geometry differ from the conventionally used flat tubes, usual measurement methods are unsuitable.

This PhD reports on the characterization and modeling of the thermal behavior of these structures. The first part concerns the identification of the global thermal parameters of the different layers of a "sandwich" sheath. To do so, a flash method is used and an experimental bench suitable for tubular geometries was developed. A new estimation method based on the combination of both collected signals in front and rear faces allows the identification of the thermal diffusivity of tubular composites using infrared thermography. The second part focuses on a virtual material approach, established to describe the thermal behavior of a "sandwich" cladding, starting from the properties of the elementary components (fibers and matrix). These properties, obtained using two different estimation methods, allows exploiting the measurements of two separate experiments based on infrared thermography. They are then used as data for the heat transfer modeling in these ducts. Confrontations between experimental measurements and numerical results finally allow gaining insight into the influence of the different key parameters governing the heat transfer.

**Keywords :** SiC/SiC composites, thermal diffusivity, thermokinetic, modeling, structure-property relationship



---

## REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je tiens à remercier tous les membres du Laboratoire des Composites Thermostructuraux (LCTS) où j'ai effectué ma thèse ainsi que mes directeurs et co-encadrants Gérard VIGNOLES, Christophe LORRETTE, Jean-Christophe BATSALE et Christophe PRADERE pour m'avoir permis de réaliser cette thèse.

Je remercie également Yves JANNOT et David SMITH pour avoir rapporté ma thèse, Agustin SALAZAR pour avoir présidé le jury et Guillaume COUEGNAT d'avoir accepté d'être examinateur.

Un grand merci à Gérard pour nos nombreuses discussions, ton aide, et ta patience. Je remercie également Christophe qui a toujours été disponible, malgré son départ à Saclay, pour tes conseils avisés et ton soutien durant ces trois années. Merci à tous les deux de m'avoir accueilli avec sympathie au sein du LCTS et de m'avoir toujours donné les moyens d'avancer. Merci aussi aux collègues du TREFLE pour leurs conseils scientifiques toujours avisés.

Je remercie le CEA-DEN de Saclay d'avoir financé cette étude. Merci au personnel du LTMEx pour leur accueil lors de mes déplacements, et plus particulièrement Laurent CHAFFRON. Merci également à Cédric SAUDER d'avoir élaboré les matériaux qui m'auront permis de travailler dans les meilleures conditions.

Un grand merci à Frédéric NOEL pour son accueil et son aide précieuse au lancement de cette thèse et à la réalisation des premiers essais et à Guillaume COUEGNAT pour m'avoir aidé à appréhender les outils de modélisation. Merci à tous les deux, j'ai pu me reposer sur vos compétences techniques et bénéficier de formations spécialisées qui m'ont été très utiles. Merci à l'ENSEIRB-MATMECA, et plus particulièrement à Olivier CATY, de m'avoir donné l'opportunité d'enseigner au sein de leur équipe pédagogique. Je tiens également à remercier Elena PALOMO DEL BARRIO et Alexandre GODIN pour m'avoir fait profiter de leurs compétences et des méthodes développées pour l'estimation des propriétés de matériaux hétérogènes. Par la même occasion, je tiens à remercier Marie pour ses conseils précieux qui m'auront permis d'appréhender toutes les difficultés avec optimisme et détermination.

Merci aux équipes pédagogiques diurne et nocturne du lycée post-bac Saliège, qui par leur confiance et leur persévérance m'ont permis de m'épanouir tant au niveau professionnel que personnel. Merci à mes parents de m'avoir poussé à faire des études et m'avoir permis de les réaliser sereinement jusqu'au bout. Merci à Julie et Marie, vous avoir eues à Bordeaux a fait la différence. Merci également d'avoir fait le déplacement à la soutenance. A tous mes potes de Toulouse, de prépa, d'école, du labo, et de la troupe de Bordeaux, toujours présents pour décompresser. Tous s'y reconnaîtront, merci.

Enfin, Aurélie, merci pour tout. Ta présence et ton soutien quotidien auront été les facteurs clés du bon déroulement de ce projet comme de mon épanouissement personnel.



# Table des matières

<b>1</b>	<b>Du réacteur nucléaire au CMC : contexte et objectifs</b>	<b>11</b>
1.1	Contexte énergétique . . . . .	12
1.2	Les céramiques comme gaines de combustibles . . . . .	13
1.2.1	Les CMC . . . . .	13
1.2.2	Introduction du concept sandwich . . . . .	16
1.3	Outils pour la caractérisation thermique de matériaux . . . . .	17
1.3.1	L'équation de la chaleur . . . . .	17
1.3.2	Méthodes d'estimations de propriétés thermiques . . . . .	18
1.3.3	La méthode Flash . . . . .	18
1.3.4	Estimation de la diffusivité thermique . . . . .	22
1.4	Propriétés thermiques des CMC . . . . .	24
1.4.1	Propriétés thermiques des constituants élémentaires . . . . .	24
1.4.2	Propriétés thermiques des composites . . . . .	25
1.4.3	Bilan des propriétés thermiques des CMC . . . . .	26
1.5	Modélisation du comportement thermique des CMC . . . . .	26
1.5.1	Démarche multi-échelle . . . . .	26
1.5.2	Homogénéisation par méthode mathématique . . . . .	27
1.5.3	Homogénéisation par les modèles analytiques . . . . .	28
1.5.4	Homogénéisation par méthode numérique . . . . .	29
1.6	Conclusion et stratégie d'étude . . . . .	30
<b>2</b>	<b>Thermocinétique sur tubes</b>	<b>31</b>
2.1	Description microstructurale d'une gaine sandwich . . . . .	32
2.1.1	Échelle macroscopique . . . . .	32
2.1.2	Couches composites $SiC_f/SiC$ . . . . .	34
2.1.3	Liner en tantale . . . . .	38
2.2	Présentation du banc d'expérience . . . . .	39
2.3	Positionnement du problème . . . . .	41
2.3.1	Mise en équation . . . . .	42
2.3.2	Résolution générale . . . . .	43
2.3.3	Retour dans l'espace temporel . . . . .	44
2.4	Simplification du problème initial . . . . .	45
2.4.1	Sensibilité réduite à la diffusivité . . . . .	45
2.4.2	Hypothèses pour l'estimation de la diffusivité thermique . . . . .	45
2.4.3	Simplification du problème initial pour l'estimation de la diffusivité thermique . . . . .	48
2.5	Estimation de la diffusivité thermique sur tube . . . . .	54
2.5.1	Méthode d'estimation . . . . .	54

2.5.2	Résultats sur tubes réels . . . . .	61
2.6	Applications . . . . .	62
2.6.1	Etude de l'influence de l'endommagement mécanique . . . . .	62
2.6.2	Etude en conditions représentatives des réacteurs à eau (REP) . . . . .	65
2.7	Mesures sur gaine sandwich . . . . .	66
2.7.1	Comparaison des thermogrammes faces avant et arrière . . . . .	66
2.7.2	Etude logarithmique . . . . .	67
2.7.3	Bilan de l'étude . . . . .	69
<b>3</b>	<b>Estimation des propriétés thermiques des constituants élémentaires de la gaine sandwich</b>	<b>71</b>
3.1	Estimation des propriétés thermiques des fibres . . . . .	72
3.1.1	Etat de l'art sur l'estimation de propriétés sur fibres . . . . .	72
3.1.2	Modèle analytique pour la caractérisation thermique sur fibres . . . . .	74
3.1.3	Moyen expérimental . . . . .	76
3.1.4	Validation . . . . .	77
3.1.5	Résultats et discussion . . . . .	79
3.1.6	Bilan des estimations . . . . .	80
3.2	Estimation des propriétés thermiques de la matrice . . . . .	81
3.2.1	Présentation de l'échantillon d'étude . . . . .	81
3.2.2	Choix du modèle d'estimation . . . . .	83
3.2.3	Modèle d'estimation par méthode SVD . . . . .	84
3.2.4	Validations numériques . . . . .	88
3.2.5	Dispositif expérimental . . . . .	95
3.2.6	Principe d'hétérodynage . . . . .	97
3.2.7	Résultats et discussion . . . . .	102
3.3	Bilan de l'étude des constituants élémentaires . . . . .	103
<b>4</b>	<b>Démarche matériau virtuel</b>	<b>105</b>
4.1	Exposé de la méthode . . . . .	106
4.2	De la microscopie optique au maillage . . . . .	108
4.2.1	A l'échelle du fil . . . . .	108
4.2.2	A l'échelle d'une tranche de gaine . . . . .	111
4.3	Calcul de propriétés effectives en régime stationnaire . . . . .	117
4.3.1	Analyse théorique . . . . .	117
4.3.2	Résultats à l'échelle de la gaine . . . . .	117
4.4	Étude du comportement thermique en régime instationnaire . . . . .	119
4.4.1	Démarche et validation sur un échantillon homogène . . . . .	119
4.4.2	Confrontation aux couches composites interne et externe . . . . .	121
4.4.3	Résultats sur une tranche de gaine . . . . .	126
4.4.4	Confrontation des résultats numériques aux résultats expérimentaux	129
4.4.5	Comportement thermique de la gaine . . . . .	133
4.5	Bilan de l'étude numérique . . . . .	136
<b>5</b>	<b>Utilisation des résultats pour la conception</b>	<b>137</b>
5.1	Influence de la fraction volumique de fibres et de matrice au sein du fil . . . . .	138
5.1.1	Echantillons d'étude et implémentation . . . . .	138
5.1.2	Validation et résultats . . . . .	138

---

---

TABLE DES MATIÈRES

---

5.2	Influence des décohésions . . . . .	142
5.2.1	Analyse théorique . . . . .	142
5.2.2	Résultats et discussion . . . . .	143
5.3	Influence de l'environnement . . . . .	146
5.4	Influence de l'épaisseur de tantale . . . . .	147
5.4.1	Evolution des conductivités thermiques . . . . .	147
5.4.2	L'impact minime du liner métallique . . . . .	149
5.5	Comportement thermique en température . . . . .	150
5.5.1	Méthode et données d'entrée . . . . .	150
5.5.2	Résultats à l'échelle du fil . . . . .	152
5.5.3	Résultats à l'échelle de la gaine . . . . .	153
5.5.4	Discussion . . . . .	154
5.6	Bilan sur les paramètres influençant les propriétés thermiques pour la conception . . . . .	155
<b>6</b>	<b>Conclusion et perspectives</b>	<b>157</b>





## Chapitre 1

# Du réacteur nucléaire au CMC : contexte et objectifs

## 1.1 Contexte énergétique

De nos jours, 80% de la production énergétique française est d'origine nucléaire. 58 réacteurs nucléaires sont répartis sur le sol français, permettant un apport énergétique continu et suffisant pour alimenter les besoins en électricité. Les Réacteurs à Eau sous Pression (REP) actuellement en place devront être renouvelés par des réacteurs de nouvelles générations quand ils arriveront en fin de vie, si le choix de la continuité nucléaire est fait. En effet, les faibles ressources d'origine fossiles en France et le souci de garantir l'approvisionnement énergétique à long terme dans les meilleures conditions économiques, couplé à ses avantages quant aux préoccupations du développement de l'effet de serre en font un élément indissociable de la production énergétique française. Cependant, le développement de réacteurs de nouvelles générations passe par l'assurance d'une sûreté fortement accrue des réacteurs.

Depuis plus de vingt ans, le CEA développe des compétences humaines et de moyens matériels de manière à pérenniser l'apport énergétique d'origine nucléaire, tout en innovant dans des technologies qui accroissent le rendement et la sûreté des réacteurs. Suite au Forum International Génération IV (Generation IV International Forum - GIF) créé en 2000, six concepts de réacteurs ont été sélectionnés, classés en deux catégories [Bou07] [ABP06] :

- Les réacteurs à neutrons thermiques : le RTHT (Réacteur à Très Haute Température), le RESC (Réacteur à Eau Super Critique) et le RSF (Réacteur à Sels Fondus) ;
- Les réacteurs à neutrons rapides : le RNR-Na (refroidi au sodium liquide), le RNR-Pb (refroidi au plomb) et le RNR-G (refroidi au gaz, généralement l'hélium).

Ces réacteurs nucléaires devront être capables d'utiliser directement l'uranium naturel ou appauvri et de produire 50 à 100 fois plus d'électricité avec la même quantité de minerai que les réacteurs nucléaires actuels. Pour répondre à ce challenge très ambitieux, le CEA a décidé de construire un démonstrateur RNR-Na, permettant à la France de disposer d'un prototype industriel de réacteur de génération IV (ASTRID, dont la divergence est prévue pour 2020/2022 pour un déploiement des réacteurs commerciaux à horizon 2040/2050). Au travers ses activités de recherche sur les matériaux réfractaires susceptibles d'être utilisés en réacteur, le CEA soutient également le développement des RNR-G, porté en Europe par un consortium des pays de l'est (Slovaquie, Hongrie, Pologne et République Tchèque).

Plus récemment, le CEA s'est investi dans un programme visant à améliorer la sûreté des centrales nucléaires en activité suite à l'accident nucléaire de Fukushima. Les gaines contenant les pastilles combustibles en coeur de réacteur devront répondre à un cahier des charges plus strict. Actuellement composées d'alliages de zirconium, il semble possible d'améliorer la robustesse des objets afin de pouvoir dégager des marges vis-à-vis de la sécurité des réacteurs en cas d'accident (problématique ATF pour "Accident Tolerant Fuel") [ZTG<sup>+</sup>14].

Notre étude s'inscrit dans le programme de recherche sur les RNR-G (ou GFR pour Gas-cooled Fast Reactor), des réacteurs à neutrons rapides refroidis au gaz, qui combinent les avantages des neutrons rapides en termes de rendement nucléaire et de la haute température pour les applications industrielles de la production d'hydrogène. Elle est toutefois transverse dans le sens où les matériaux étudiés sont également envisagés comme éléments de structure pour les réacteurs RNR-Na et aussi les réacteurs à eau pressurisés (REP).

## 1.2 Les céramiques comme gaines de combustibles

Les matériaux de gainage du combustible nucléaire en coeur de réacteur constituent le vecteur principal du transfert de chaleur au sein d'une centrale. Dans le cas des réacteurs à neutrons rapides et à caloporteurs gaz, ces structures doivent être capables de supporter des températures de 1000 °C en fonctionnement nominal et jusqu'à 1600 °C en condition accidentelle, tout en garantissant le confinement de la matière fissile. Les céramiques réfractaires semblent pouvoir répondre à ce cahier des charges [Cha07]. On distingue deux types de céramiques : les céramiques traditionnelles (de type terre cuite) par opposition aux céramiques techniques, utilisées dans les domaines de l'aéronautique et du spatial. Le caractère fragile des céramiques monolithiques rend impossible leur utilisation comme matériau de gainage, leur aptitude à la déformation étant très limitée. En revanche, les composites à matrice céramique (CMC), dont le renfort fibreux assure une meilleure tolérance à l'endommagement, semblent être de bien meilleurs candidats.

### 1.2.1 Les CMC

Les composites thermostrostructuraux sont le plus souvent utilisés dans les domaines où les conditions d'utilisations sont extrêmes (spatial, aéronautique) pour leur résistance aux hautes températures et aux fortes sollicitations mécaniques [CLP<sup>+</sup>15]. Les composites à matrice céramique (CMC) les plus répandus sont les  $C_f/C$  (fibre de carbone, matrice de carbone), les  $C_f/SiC$  (fibre de carbone, matrice de carbure de silicium) et les  $SiC_f/SiC$  (fibre de carbure de silicium, matrice de carbure de silicium). Ils se présentent sous la forme d'un arrangement hétérogène de fibres formant l'architecture du matériau, dont la cohésion est assurée par une matrice céramique. A l'interface fibre/matrice, une interphase est déposée de manière à assurer la cohésion entre ces deux éléments [Nas79], [NC03].

Dans le cadre des réacteurs nucléaires type RNR-G, le cahier des charges matériau est très strict, pour leur permettre d'atteindre des rendements élevés tout en assurant l'étanchéité en coeur. Pour cela, le matériau de gainage doit répondre à un certain nombre de critères :

- L'étanchéité, pour la rétention de la matière fissile et des produits de fission ;
- La tenue en température :
  - en fonctionnement nominal : aux hautes températures (environ 1000 °C) sur de longues durées (plusieurs milliers d'heures) ;
  - en cas d'accident : aux très hautes températures (de 1500 à 2000 °C) sur de courtes durées (quelques minutes) ;
- La tenue mécanique : capacité de déformation d'au moins 0,5% ;
- Une bonne conductivité thermique (au moins 10  $W.m^{-1}.K^{-1}$  dans les conditions de fonctionnement) ;
- La transparence aux neutrons rapides ;
- La conservation des propriétés sous irradiation.

Par ailleurs, depuis l'accident nucléaire de Fukushima-Daichi (mars 2011), où la perte des systèmes de refroidissement a conduit à une déflagration d'hydrogène produite par l'oxydation du zirconium des gaines au contact de la vapeur d'eau surchauffée, les composites  $SiC_f/SiC$  sont également étudiés par la communauté comme matériau de gainage du combustible tolérant aux accidents (ATF) et dont la pertinence reste encore à éva-

luer [Lor15]. Le développement de ces gainages repose sur plusieurs axes de recherche [BLM<sup>+</sup>14] que sont :

- La diminution du taux d’oxydation des matériaux de gainage exposés à la vapeur à haute température ;
- L’amélioration des propriétés mécaniques à haute température ;
- L’augmentation de la marge à la fusion.

Le choix des constituants élémentaires du composite, à savoir la fibre, la matrice et l’interphase, doit se faire en accord avec ces cahiers des charges.

### Les fibres

Au sein d’un composite, le renfort fibreux confère la tenue mécanique. Les fibres sont regroupées pour former des fils, qui sont mis en forme par différents procédés (tissés, tressés, etc.), pour former une architecture qui peut être 1D, 2D ou 3D [GSG08]. Elles constituent la phase qui dicte la rupture ultime du composite [Lam09]. Le renfort est réalisé à base de fibres longues dont le diamètre est souvent inférieur à  $15\mu\text{m}$ . Les fibres les plus couramment utilisées comme renforts au sein des composites thermostrostructuraux sont les fibres de carbone (ex-brai ou ex-PAN) et les fibres de carbure de silicium (Hi-Nicalon, Hi-Nicalon S, Tyranno SA3, etc.) [Nas04].

Cependant, bien que possédant d’excellentes propriétés thermomécaniques, les fibres de carbone sont sensibles à l’oxydation dès de  $400^\circ\text{C}$ . Les fibres de SiC sont plus rigides et plus résistantes à l’oxydation [Nas05]. De plus, elles ont une bonne capacité à conduire la chaleur et une contrainte à rupture élevée à hautes températures [Kat13]. Elles sont donc préférées pour les applications nucléaires de génération IV, dont les températures nominales de fonctionnement sont de l’ordre de  $1000^\circ\text{C}$ . Parmi les fibres de SiC, seules deux candidates sont résistantes à l’irradiation : les fibres Hi-Nicalon S (HiNS) et les Tyranno SA3 (TSA3) [Kat13] [SZHO98] [Nas04] [NPL09]. Le choix entre les fibres de SiC se fera par rapport au meilleur compromis entre coût et performances de celles-ci. Une coupe transversale de fibres de SiC imprégnées est observable en figure 1.1.

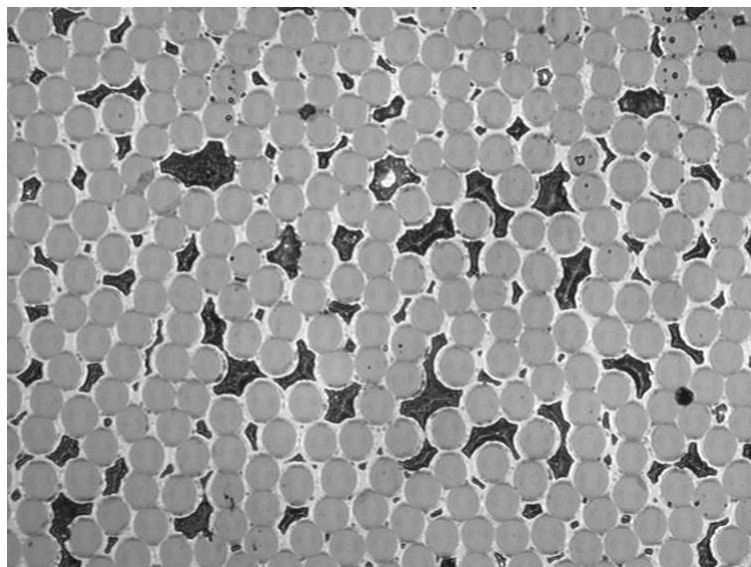


FIGURE 1.1 – Observation MEB d’un fil au sein d’un CMC : mise en évidence des fibres

### L'interphase

L'interphase joue un rôle cohésif entre fibres et matrice. Elle est déposée à la surface des fibres par voie gazeuse sur une épaisseur nanométrique. Judicieusement choisie, elle peut avoir un impact sur la résistance à l'oxydation des fibres (cas du nitrure de Bore) ou sur la répartition des efforts mécaniques (cas des interphases multiséquencées). Pour les applications nucléaires, l'interphase retenue est en carbone pyrolytique (PyroCarbone, PyC), du fait qu'elle est, à ce jour, la plus avancée pour conférer aux composites un comportement endommageable. En effet, l'interphase de PyC va permettre une déviation des fissures, jouant un rôle protecteur pour les fibres en évitant leur propagation qui conduisait à une rupture prématurée [Lam08].

Sur la figure 4.6, l'interphase en pyrocarbone est représentée par le fin liseré noir entourant les fibres.

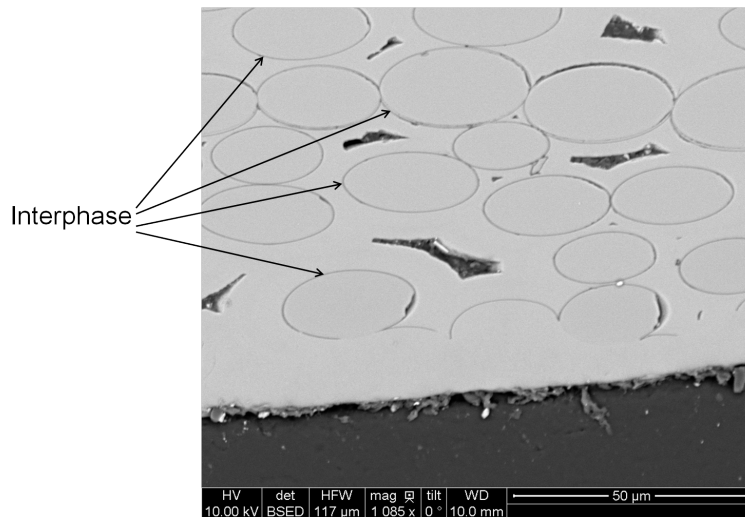


FIGURE 1.2 – Observation MEB d'une coupe de composite  $SiC_f/SiC$  dont le renfort est élaboré par enroulement filamentaire : mise en évidence de l'interphase  $PyC$

### La matrice

Le choix de la matrice est prépondérant puisque son rôle premier consiste à consolider le renfort fibreux et donc de participer à supporter le chargement. L'ajout de la matrice à la préforme fibreuse revêtue d'une interphase constitue la dernière opération dans le processus de fabrication d'un matériau composite. Elle peut être élaborée par voie céramique (frittage), par voie liquide (PIP - Polymer Infiltration and Pyrolysis) ou par voie gazeuse (CVI - Chemical Vapor Infiltration) [Ban05]. Le procédé de densification par voie gazeuse CVI est préféré aux autres car c'est le seul qui permet d'élaborer une matrice  $SiC$  de qualité nucléaire, *i.e.* très pure et cristallisée pour résister à l'irradiation. Pour ces bonnes propriétés de résistance à l'irradiation, de transparence neutronique, de meilleur comportement à l'oxydation et de réfractérité, une matrice de Carbure de Silicium ( $SiC$ ) sera préférée à une matrice de Carbone. La figure 1.3 présente des couches de matrices de  $SiC$  entourant les fibres et l'interphase. La présence de plusieurs couches de matrice autour de la fibre met ici en évidence le nombre de cycles d'infiltration par voie gazeuse qui ont été nécessaire pour densifier le fil.

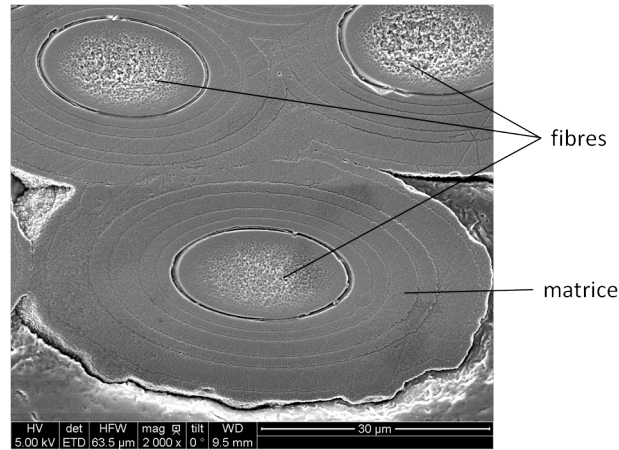


FIGURE 1.3 – Observation MEB d’une coupe de composite  $SiC_f/SiC$  : mise en évidence de la matrice autour des fibres

### 1.2.2 Introduction du concept sandwich

Les composites  $SiC_f/SiC$  sont donc envisagés comme matériaux de gainage de combustibles nucléaires. Cependant, ils ne présentent pas une étanchéité suffisante aux gaz de fission et au fluide caloporteur pour être employés en l’état [Dav10]. Pour pallier à cette difficulté, le concept sandwich (breveté) a été proposé par le CEA [ZSLG13]. Il propose l’ajout d’un liner dans la fabrication de l’aiguille combustible, constitué d’un alliage métallique réfractaire de faible épaisseur pour garantir la fonction de première barrière de confinement. Ce liner métallique (en Tantale ou Niobium pour les applications GFR [CSL<sup>+</sup>13]) est intercalé entre deux couches de matériaux composites, qui assureront la tenue mécanique de l’objet gaine :

- une couche extérieure de tressage 2D assurant la majeure partie de la fonction mécanique ;
- une couche intérieure d’enroulement filamentaire satisfaisant les exigences en termes de circularité et d’état de surface interne.

Enfin, une couche buffer (joint interne poreux à base de carbure de silicium) joue un rôle tampon entre la pastille combustible et la gaine, et contribue à accommoder l’expansion volumique du combustible. Le concept de gaine sandwich est schématisé sur la figure 1.4.

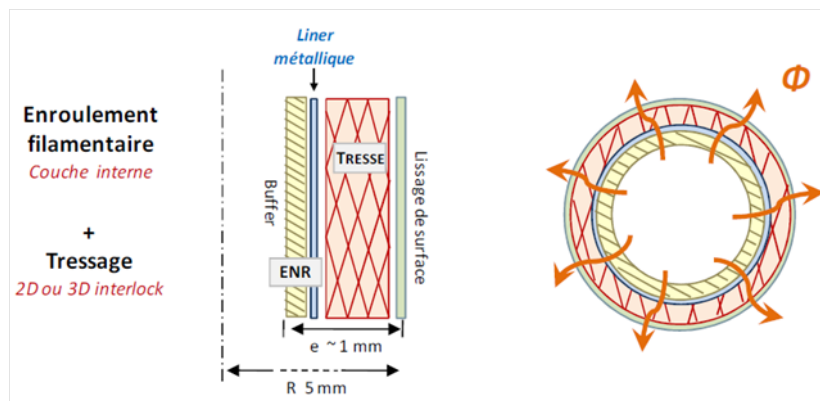


FIGURE 1.4 – Concept de gaine sandwich [LSC<sup>+</sup>12]

### 1.3 Outils pour la caractérisation thermique de matériaux

L'observation aux échelles macroscopique et microscopique de la structure d'étude qu'est la gaine sandwich met en avant son caractère hétérogène et anisotrope. Il convient donc d'utiliser des méthodes thermographiques non stationnaires adaptées à nos géométries permettant la caractérisation de propriétés thermophysiques. La caractérisation de ces propriétés consiste en la résolution de problèmes inverses en vue d'estimer des paramètres connaissant la réponse thermique d'un matériaux [JOB91].

#### 1.3.1 L'équation de la chaleur

L'équation de la chaleur relie l'évolution temporelle de la température  $T$  (exprimée en  $K$ ) avec son laplacien. Lorsque le transfert thermique s'effectue au sein d'un matériau opaque quelconque et sans terme source (*i.e.* sans production de chaleur volumique), ces évolutions sont directement proportionnelles via le facteur diffusivité thermique  $a$  (en  $m^2.s^{-1}$ ) :

$$\partial_t T = a \Delta T \quad (1.1)$$

La diffusivité thermique  $a$  est une grandeur physique qui caractérise l'aptitude d'un matériau à diffuser la chaleur, c'est-à-dire, sa capacité à transmettre un signal de température d'un point à un autre d'un matériau. Elle intervient dans tous les processus de transferts de chaleur à caractère instationnaire, c'est-à-dire, lorsque la température varie dans le temps. La diffusivité thermique d'un milieu dépend de ses capacités à conduire la chaleur et à l'accumuler. Elle dépend donc de la conductivité thermique  $\lambda$  du matériau (en  $W.m^{-1}.K^{-1}$ ), de sa masse volumique  $\rho$  (en  $kg.m^3$ ) et de sa capacité thermique  $C_p$  (en  $J.kg^{-1}.K^{-1}$ ). Elle est définie par la relation suivante :

$$a = \frac{\lambda}{\rho C_p} \quad (1.2)$$

La conductivité thermique  $\lambda$  correspond à la puissance thermique transmise par unité de longueur d'un matériau soumis à une élévation de température d'un Kelvin. Elle est définie par la loi de Fourier, qui relie la densité de flux  $\vec{\varphi}$  et la température  $T$  :

$$\vec{\varphi} = -\lambda \vec{grad} T \quad (1.3)$$

Dans le cas le plus général (matériau hétérogène anisotrope), la conductivité s'exprime sous forme matricielle :

$$\begin{pmatrix} \lambda_{xx} & \lambda_{yx} & \lambda_{zx} \\ \lambda_{xy} & \lambda_{yy} & \lambda_{zy} \\ \lambda_{xz} & \lambda_{yz} & \lambda_{zz} \end{pmatrix} \quad (1.4)$$

où  $x$ ,  $y$  et  $z$  représentent les trois directions d'un plan dans l'espace cartésien.

Si le matériau est orthotrope, *i.e.* qu'il possède trois plans de symétrie orthogonaux ce qui est généralement le cas pour les matériaux composites, la matrice de conductivités devient :



$$\begin{pmatrix} \lambda_{xx} & \lambda_{yx} & 0 \\ \lambda_{xy} & \lambda_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_{zz} \end{pmatrix} \quad (1.5)$$

Enfin, si le matériau est isotrope, ses propriétés physiques sont les mêmes dans toutes les directions (comme c'est le cas pour les métaux à l'échelle macroscopique). Les termes extra-diagonaux disparaissent et la conductivité s'écrit (cf. equation (1.2)) :

$$\lambda = a\rho C_p \quad (1.6)$$

### 1.3.2 Méthodes d'estimations de propriétés thermiques

Il existe une multitude de méthodes permettant de déterminer les propriétés thermiques de matériaux. Elles reposent toutes sur le même principe : l'échantillon étudié est soumis à un flux thermique d'une durée dépendante de la nature du milieu étudié. L'évolution de la température au sein de celui-ci conduit à l'estimation de ses propriétés thermiques. Les méthodes se distinguent par deux grandes familles de régimes d'étude :

- En régime stationnaire : ces méthodes sont adaptées à l'estimation de la conductivité d'un matériau ainsi que des résistances de contact qui peuvent le composer. C'est le cas de la méthode "plaque chaude gardée" [Sal01], de la méthode de la barre [Lau84] ainsi que de la méthode des boîtes [Ezb86]. Cependant, ces méthodes sont plutôt adaptées à l'estimation de propriétés de matériaux isolants, et ne le sont donc pas pour nos matériaux (dont la gamme de conductivités à 25 ° C se situe entre 10 et 50  $W.m^{-1}.K^{-1}$  selon la nature des constituants et du procédé de fabrication) ;
- En régime instationnaire : ces méthodes sont adaptées à l'estimation de la conductivité et de la diffusivité thermique d'un matériau. Parmi elles, citons les méthodes par contact comme le cas de la méthode du "fil chaud" [Cul74] et du "plan chaud" [Zha93], ainsi que le "hot disk" [GKG94]. Cependant ces méthodes sont intrusives, puisqu'elles requièrent l'insertion d'un élément chauffant au sein du milieu d'étude. Elles ne sont donc pas adaptées à nos matériaux, leur temps de réponse étant a priori très courts. Une méthode non-intrusive sans contact est préférable : la radiométrie photothermique.

### 1.3.3 La méthode Flash

La radiométrie photothermique consiste à mesurer par radiométrie infrarouge la réponse en température d'un échantillon lorsque celui-ci est soumis à un flux de chaleur, dans un but de caractérisation [NK79]. C'est le cas de la méthode Flash, qui est devenue une méthode standard pour mesurer la diffusivité thermique en raison de ces nombreux avantages. Cette méthode est non destructive et permet de couvrir une large gamme de milieux (fréquences caractéristiques étendues). Développée en 1961 par Parker pour les milieux isotropes [PJBA61], cette méthode évolue constamment et peut aujourd'hui être appliquée à l'analyse de matériaux où les transferts thermiques sont complexes.

### Principe

Le principe de la méthode flash consiste à étudier l'évolution temporelle de la température après une excitation impulsionnelle (théoriquement infiniment courte) sur l'échantillon à caractériser. Deux thermogrammes peuvent être récupérés, celui en "face avant" (excitation et suivi de la température sur la même face) et celui en "face arrière" (excitation d'un côté et relevé de la température sur la face opposée).

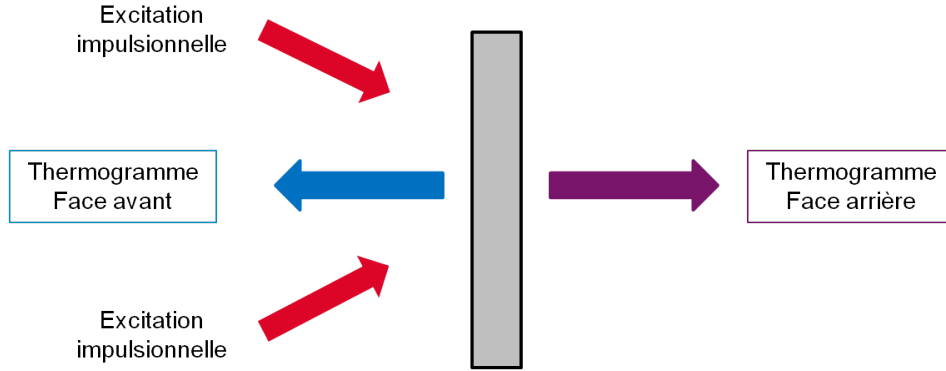


FIGURE 1.5 – Schéma de principe de la méthode flash

### Modèles mathématiques

Les modèles mathématiques permettant de reconstruire l'évolution temporelle de la température sur les faces avant et arrière d'un échantillon peuvent être approchés de deux manières :

- soit par une résolution dans l'espace direct de l'équation de la chaleur en utilisant sa solution analytique ;
- soit par une résolution dans l'espace de Laplace en utilisant le formalisme des quadripôles thermiques qui s'appuie sur une analogie entre thermique et électrocinétique.

### Solutions analytiques

Les solutions analytiques de l'équation de la chaleur après une expérience flash avec transfert sur un échantillon aux bords adiabatiques sont :

$$T(z, t) = \frac{Q}{\rho C_p e} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \cos\left(\frac{n\pi}{e} z\right) \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2}{e^2} at\right) \right] \quad (1.7)$$

où  $z$  représente la variation d'épaisseur,  $t$  le temps,  $e$  l'épaisseur totale de l'échantillon et  $Q$  la densité d'énergie déposée à la surface de l'échantillon.

Le thermogramme en face avant relatif à l'expérience flash s'obtient en posant  $z = 0$  soit :

$$T(0, t) = \frac{Q}{\rho C_p e} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2}{e^2} at\right) \right] \quad (1.8)$$

Le thermogramme en face arrière s'obtient en posant  $z = e$  soit :

$$T(e, t) = \frac{Q}{\rho C_p e} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} (-1)^n \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2}{e^2} at\right) \right] \quad (1.9)$$

Les tracés des solutions 2.22 et 2.23 respectivement associés à la face avant et la face arrière sont reportés sur la figure 1.6.

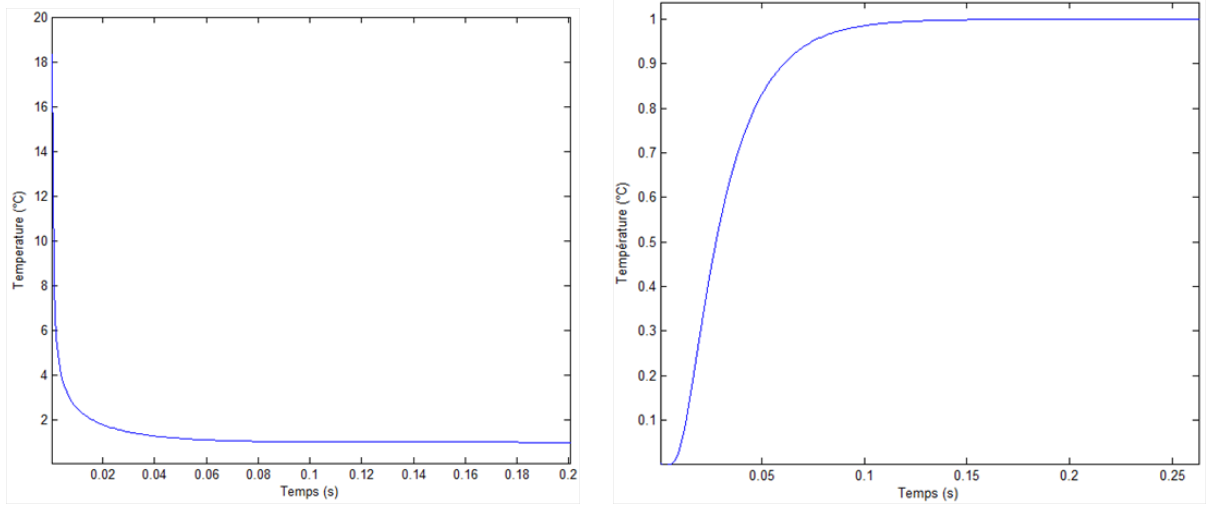


FIGURE 1.6 – Thermogrammes faces avant (gauche) et arrière (droite) après une expérience flash

En face avant, le flux initial imposé au matériau se dissipe au cours du temps, alors qu'en face arrière, l'énergie s'accumule au cours du temps. En l'absence de pertes thermiques, la température se stabilise à un même niveau de part et d'autre du matériau aux temps longs.

### Formalisme des quadripôles

Le formalisme des quadripôles thermique [MAB<sup>+</sup>00] est fondé sur une analogie thermique/électrocinétique reliant les températures et les flux thermiques de part et d'autre d'un matériau. Cette résolution s'opère dans l'espace de Laplace et se présente sous la forme matricielle suivante :

$$\begin{pmatrix} \theta_e \\ \phi_e \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \theta_s \\ \phi_s \end{pmatrix} \quad (1.10)$$

où  $\theta_e$  et  $\phi_e$  correspondent respectivement à la température et au flux d'entrée,  $\theta_s$  et  $\phi_s$  à la température et au flux de sortie. Ces données sont définies dans l'espace de Laplace.  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et  $D$  sont les composantes de la matrice quadripolaire définis par :

$$\begin{cases} A = \cosh(\sqrt{\frac{p}{a}}e) \\ B = \frac{1}{\lambda\sqrt{\frac{p}{a}}}\sinh(\sqrt{\frac{p}{a}}e) \\ C = \lambda\sqrt{\frac{p}{a}}\sinh(\sqrt{\frac{p}{a}}e) \\ D = \cosh(\sqrt{\frac{p}{a}}e) \end{cases} \quad (1.11)$$

où  $p$  représente la variable de Laplace et  $\lambda$  et  $a$  les propriétés thermiques de l'échantillon homogène dans le sens de son épaisseur  $e$ .

Les transformées de Laplace de  $\theta$  et de  $\phi$  sont définies par :

$$\begin{cases} \theta(z, p) = \int_0^\infty T(z, t) \exp(-pt) dt \\ \phi(z, p) = \int_0^\infty \varphi(z, t) \exp(-pt) dt \end{cases} \quad (1.12)$$

Dans le cadre d'une expérience flash, le flux d'entrée  $\phi_e$  correspond à l'excitation impulsionnelle  $Q$  et le flux de sortie  $\phi_s$  est nul. Cette méthode permet d'une part de prendre en compte le type d'excitation (Dirac, créneau, etc.) et d'autre part de prendre en compte les pertes thermiques (convection, rayonnement).

#### Application aux matériaux multicouches

Dans le cas de matériaux multicouches, la matrice quadripolaire s'exprime par un produit de matrice 2x2 [MAB<sup>+</sup>00] :

$$\begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} = \prod_{i=1}^n \begin{pmatrix} A_i & B_i \\ C_i & D_i \end{pmatrix} \quad (1.13)$$

avec

$$\begin{cases} A_i = \cosh\left(\sqrt{\frac{p}{a_i}} e_i\right) \\ B_i = \frac{1}{\lambda \sqrt{\frac{p}{a_i}}} \sinh\left(\sqrt{\frac{p}{a_i}} e_i\right) \\ C_i = \lambda \sqrt{\frac{p}{a_i}} \sinh\left(\sqrt{\frac{p}{a_i}} e_i\right) \\ D_i = \cosh\left(\sqrt{\frac{p}{a_i}} e_i\right) \end{cases} \quad (1.14)$$

où  $e_i$  et  $a_i$  représentent respectivement l'épaisseur et la diffusivité de la  $i^{eme}$  couche, et  $n$  le nombre de couches de l'échantillon plan.

#### Application aux géométries tubulaires

En géométrie plane, les coefficients  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et  $D$  de la matrice quadripolaire s'expriment avec des fonctions cosinus et sinus hyperboliques. Dans le cas d'un échantillon cylindrique creux, comme c'est le cas des éléments constitutifs de la structure de gaine, ces coefficients s'expriment avec des produits et sommes de fonctions de Bessel de première et seconde espèce d'ordre 0 et 1. Ces fonctions sont les solutions canoniques  $y(x)$  de l'équation différentielle de Bessel, définie par :

$$x^2 \frac{d^2 y}{dx^2} + x \frac{dy}{dx} + (x^2 - \alpha^2) y = 0 \quad (1.15)$$

Les fonctions de Bessel de première espèce  $J$  à l'ordre  $n$  sont définies par la série entière suivante :

$$I_n(x) = \sum_{p=0}^{\infty} \frac{(-1)^p}{p!(n+p)!} \left(\frac{x}{2}\right)^{2p+n} \quad (1.16)$$

Les fonctions de Bessel de seconde espèce  $K$  à l'ordre  $n$  sont définies à l'aide des fonctions de première espèce par la relation :

$$K_n(x) = \lim_{\lambda \rightarrow n} \frac{I_\lambda(x) \cos(\lambda\pi) - I_{-\lambda}(x)}{\sin(\lambda\pi)}. \quad (1.17)$$

En posant  $\xi_{int} = \sqrt{\frac{p}{a}} R_{int}$  et  $\xi_{ext} = \sqrt{\frac{p}{a}} R_{ext}$ , les coefficients de la matrice quadripolaire sont définis pas les relations suivantes [SC06] :

$$\begin{aligned} A &= \xi_{ext} \left[ K_1(\xi_{ext}) I_0(\xi_{int}) + K_0(\xi_{int}) I_1(\xi_{ext}) \right] \\ B &= \frac{1}{2\pi\lambda L} \left[ K_0(\xi_{int}) I_0(\xi_{ext}) - K_0(\xi_{ext}) I_0(\xi_{int}) \right] \\ C &= 2\pi L \rho C_p R_{int} R_{ext} \left[ K_1(\xi_{int}) I_1(\xi_{ext}) + K_1(\xi_{ext}) I_1(\xi_{int}) \right] \\ A &= \xi_{int} \left[ K_0(\xi_{ext}) I_1(\xi_{int}) + K_1(\xi_{int}) I_0(\xi_{ext}) \right] \end{aligned}$$

où  $L$  correspond à la longueur de l'échantillon tubulaire (en  $m$ ),  $R_{int}$  et  $R_{ext}$  ses rayons intérieur et extérieur (en  $m$ ).

### 1.3.4 Estimation de la diffusivité thermique

Il existe deux grandes familles de méthodes permettant d'estimer les propriétés thermiques d'un échantillon après une expérience flash : les méthodes directes, où l'étude se focalise sur un ou plusieurs points du thermogramme, et les méthodes inverse, où l'étude s'étend à l'intégralité du thermogramme.

#### Par méthode directe

La méthode de Parker [PJBA61] consiste en l'estimation de la diffusivité thermique en fonction du temps de demi-montée  $t_{1/2}$  et de l'épaisseur de l'échantillon  $e$ , grâce à l'égalité suivante :

$$a = 0.139 \frac{e^2}{t_{1/2}} \quad (1.18)$$

Le temps de demi-montée correspond à l'instant où la sensibilité réduite  $\frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial a}$  de la température au paramètre diffusivité  $a$  est maximale (figure 1.7). Cette méthode a l'avantage d'être très simple à mettre en oeuvre, et donne des résultats satisfaisants pour un matériau homogène.

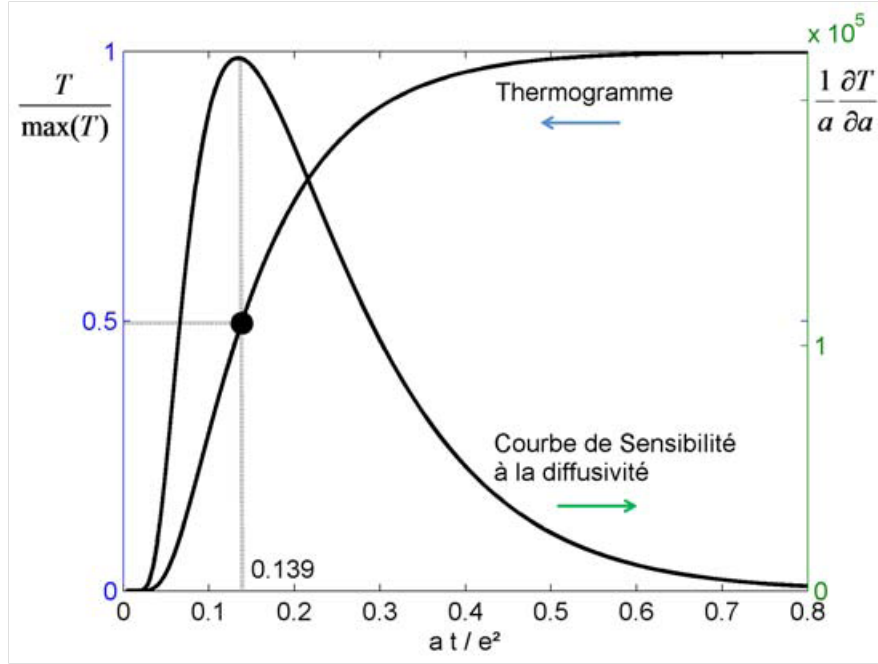


FIGURE 1.7 – Estimation de la diffusivité thermique au temps de demi-montée par la méthode de Parker [EY11]

Il existe d'autres méthodes appartenant à la même famille, comme la méthode des temps partiels [Deg77] qui consiste à estimer la diffusivité thermique par l'étude de couples de points ou encore la méthode des moments temporels partiels [Deg86] consistant en l'estimation par l'utilisation de sommes pondérées. Ces méthodes accroissent la précision de l'estimation mais sont sensibles aux bruits de mesure.

#### Par méthode inverse

A la différence des méthodes directes, les méthodes inverses consistent à travailler sur l'intégralité du thermogramme en décrivant l'expérience par des modèles mathématiques :

- soit avec la solution analytique par séries de Fourier (cf. équation 1.7) ;
- soit avec le formalisme des quadripôles (cf. équation 1.10). Pour passer du domaine de laplace au domaine temporel, l'algorithme de transformée inverse de Laplace utilisé est celui de Stehfest [Ste70].

L'estimation de la diffusivité thermique est alors considérée comme un problème d'optimisation où l'on cherche à minimiser le thermogramme expérimental avec la solution exacte au sens des moindres carrés [PF86] (figure 1.8).

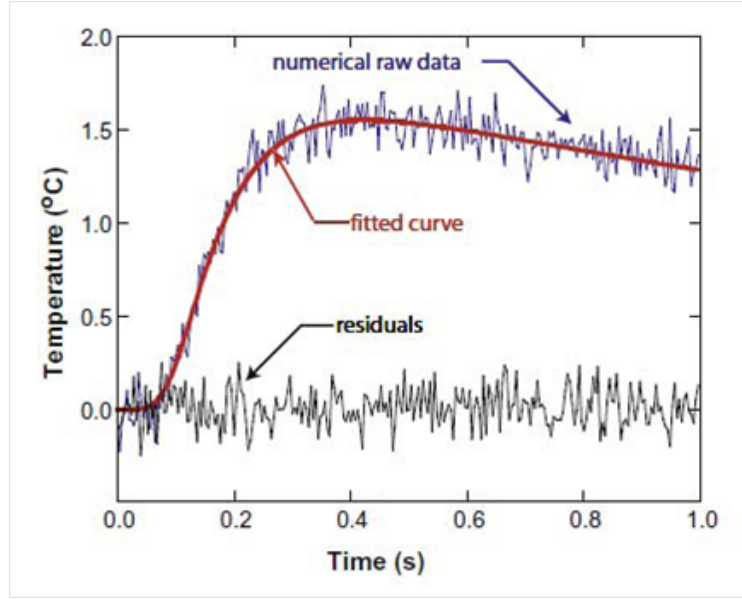


FIGURE 1.8 – Estimation de la diffusivité thermique par minimisation au sens des moindres carrés [CC09]

Il faut donc chercher la valeur de  $a$  telle que la fonctionnelle  $J(a)$  soit la plus proche possible de 0 de manière à ce que la "distance" entre valeurs expérimentales et théoriques soit optimale.  $J(a)$  est définie par :

$$J(a) = \int_{t_0}^{t_{max}} \|T_{th}(a, t) - T_{exp}(t)\|^2 dt \quad (1.19)$$

où  $T_{th}$  et  $T_{exp}$  correspondent respectivement à la température théorique et à la température expérimentale.

## 1.4 Propriétés thermiques des CMC

### 1.4.1 Propriétés thermiques des constituants élémentaires

Si de nombreux travaux ont été réalisés en vue d'estimer les propriétés thermiques de fibres, les travaux réalisés sur la matrice se font plus rares. Le tableau 1.9 rassemble les propriétés thermiques de quelques fibres et matrices mesurées à différentes températures d'étude.

Ces valeurs dépendent fortement de la microstructure de la fibre ou de la matrice étudiée. Notamment, la conductivité de la matrice SiC est fortement liée à la pureté du SiC ainsi qu'à la taille de ses grains. La température semble être un facteur très important qui abaisse la diffusivité et donc la conductivité du composite et le type de fibre joue bien sûr un rôle essentiel.

Les propriétés thermiques sont obtenues par différentes méthodes d'estimation. Dans le cadre de l'étude menée dans [Pra04], la diffusivité thermique des fibres est obtenue par étude de déphasage entre fréquence d'excitation et propagation du signal thermique. L'estimation des propriétés thermiques pour les autres résultats sur fibres présentés dans le tableau 1.9 est obtenue par radiométrie photothermique, par le biais de la mesure de longueur de diffusion [Quo14]. Enfin, les résultats des estimations des propriétés de la matrice de SiC présentés dans [Cab09] sont obtenus par méthode de Degiovanni [Deg86].

FIGURE 1.9 – Tableau récapitulatif des propriétés des constituants élémentaires [CLP+15]

Nature	Type	Température ( ° C)	Diffusivité ( $mm^2/s$ )	Conductivité ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )
Fibre C	XN05	25	6	3.5 [Pra04]
		600	6.2	4.5 [Pra04]
		1000	7.5	6 [Pra04]
Fibre SiC	Hi-N	25	3.7	7.8 [KOS <sup>+</sup> 14]
	Hi-N S	600	-	10 [YITJ02]
		25	8.8	18.4 [LN13] [KOS <sup>+</sup> 14]
	TSA3	600	-	16 [YITJ02]
		25	30	65 [LN13] [KOS <sup>+</sup> 14]
		600	-	34 [YITJ02]
Matrice SiC	B-SiC	25	70 à 160	200 à 400 [KOS <sup>+</sup> 14]
		600	-	55 [Cab09]
		1000	-	40 [Cab09]

#### 1.4.2 Propriétés thermiques des composites

De nombreux travaux ont été menés sur la caractérisation thermique de composites. Plus particulièrement, les propriétés thermiques de différents arrangement de composites à matrice céramique sont synthétisés dans le tableau 1.10.

FIGURE 1.10 – Tableau récapitulatif des propriétés de CMC

Nature	Type	Température ( ° C)	Densité ( $g.cm^{-3}$ )	Conductivité ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )
Composite tressé 2D	TSA3/Pyc150-A	25	2.58	21 [KOS <sup>+</sup> 14]
		600	-	15 [KOS <sup>+</sup> 14]
		1000	-	12 [KOS <sup>+</sup> 14]
	TSA3/Pyc50-A	25	2.62	24 [KOS <sup>+</sup> 14]
		600	-	18 [KOS <sup>+</sup> 14]
		1000	-	14.5 [KOS <sup>+</sup> 14]
	HiNS/ML-A	25	2.47	10.5 [KOS <sup>+</sup> 14]
		600	-	8.5 [KOS <sup>+</sup> 14]
		1000	-	7 [KOS <sup>+</sup> 14]
Composite tissé 3D	HiNS + SiC CVI	25	2.40	36 [YIT04]
		600	-	25 [YIT04]
		1000	-	20 [YIT04]

L'ensemble de ces résultats a été obtenu par radiométrie infrarouge photothermique par le biais de la mesure de longueur de diffusion [Quo14]. Il faut bien sûr noter que ces propriétés dépendent fortement du matériau d'étude, de sa



microstructure, de sa porosité ainsi que de ses défauts. Ainsi, deux matériaux de même nature n'auront pas forcément les mêmes propriétés thermiques. La différence d'architecture joue aussi un rôle non négligeable comme en témoigne l'écart de conductivités entre le composite tressé 2D-HiNS et le composite tissé 3D-HiNS.

### 1.4.3 Bilan des propriétés thermiques des CMC

Les résultats de la littérature présentés dans les tableaux 1.9 et 1.10 permettent de renseigner les ordres de grandeurs attendus pour les propriétés thermiques de nos matériaux d'étude. De plus, ceux-ci permettent de citer les méthodes à notre disposition pour caractériser nos objets et que nous adopterons aux géométries tubulaires. La mesure de propriétés thermiques des composites n'est cependant pas triviale, tant leur architecture et leur assemblage sont divers et complexes. Pour surmonter ces difficultés, une approche par reconstruction virtuelle pourrait être utilisée, ce qui permettrait à terme de modéliser le comportement thermique de la structure gaine sandwich.

## 1.5 Modélisation du comportement thermique des CMC

Etant donné les coûts importants de fabrication des matériaux composites, des outils numériques ont été développés par le passé pour étudier leur comportement sous différentes contraintes. La grande majorité des outils numériques ont été développés pour des études mécaniques [Cou08] [Roh13]. Cependant, ceux-ci peuvent aisément être adaptés à l'étude du comportement thermique des CMC. L'étude numérique des CMC s'appuie sur le calcul des propriétés thermiques "effectives" (ou apparentes) aux différentes échelles d'étude du matériau. Pour ceci, à chaque échelle, l'arrangement hétérogène propre aux composites est apparenté à un milieu homogène équivalent où les propriétés globales sont équivalentes. Différentes méthodes d'homogénéisation existent et permettent de calculer les propriétés thermiques effectives dans les différentes directions de l'espace.

### 1.5.1 Démarche multi-échelle

La démarche multi-échelle repose sur l'homogénéisation successive du composite à différentes échelles, permettant de remonter de l'échelle microscopique (échelle de la fibre) à l'échelle macroscopique (échelle du composite). Cette homogénéisation successive se fait en trois étapes, passant donc par quatre niveaux d'homogénéisation [Coi03] [Lor07]. Ces étapes sont représentées sur la figure 1.11.

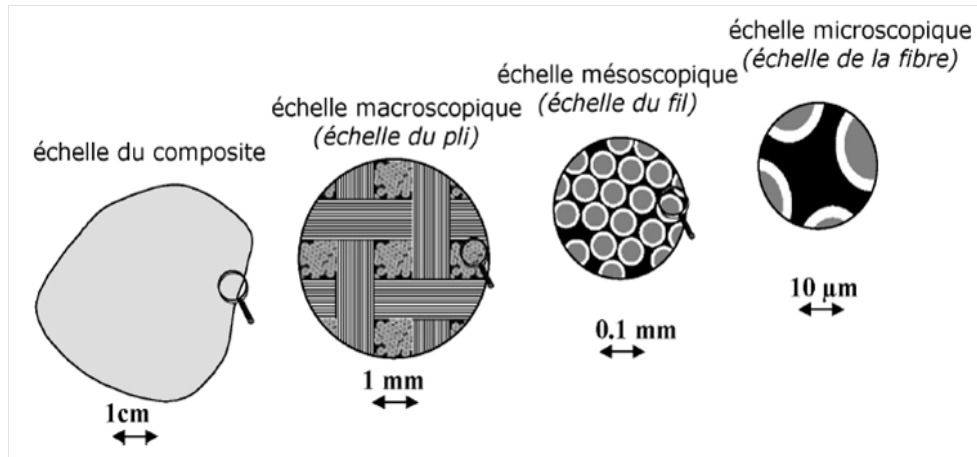


FIGURE 1.11 – Différentes échelles d'homogénéisation d'un composite [Lor07]

Des outils numériques ont été développés au laboratoire pour à recréer virtuellement le matériau à chaque étape [Cou08]. Des exemples de maillages représentatifs de matériaux composites à différentes échelles sont présentés sur figure 1.12.

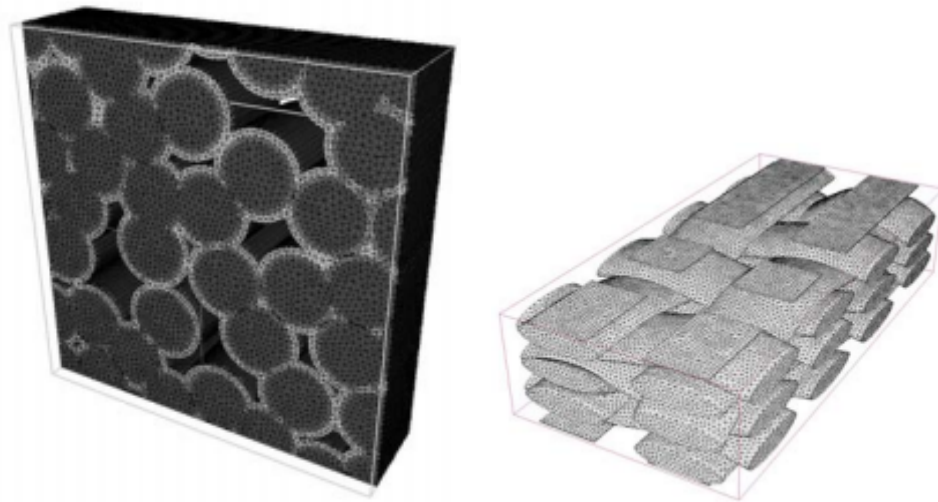


FIGURE 1.12 – Exemple de maillages à l'échelle mésoscopique (gauche) et microscopique (droite) [Cou08]

Bien que ces outils aient été développés dans le cadre d'une l'étude de l'endommagement mécanique des composites [Cou08] [Roh13], ceux-ci sont tout à fait utilisables pour étudier les propriétés thermiques [Lor07] [EY11]. Pour passer d'une échelle à une autre, il faut donc identifier les différentes méthodes dont nous disposons permettre une homogénéisation de chaque échelle.

### 1.5.2 Homogénéisation par méthode mathématique

Dans le cadre d'un transfert thermique au sein d'un milieu hétérogène mais périodique, le champ de température fluctue autour de la composante moyenne [TSNZ08]. Ainsi, en considérant un gradient thermique  $H$  homogène dans une direction,  $T^*$  la composante périodique du champ de température  $T(x)$  local s'écrit alors :

$$T(x) = H.x + T * (x) \quad (1.20)$$

En régime stationnaire, *i.e.* lorsque  $\partial_t T = 0$ , le problème thermique local s'écrit :

$$\text{div}(q) = 0 \quad (1.21)$$

où  $q$  est la densité de flux thermique locale, qui s'exprime via la loi de Fourier généralisée :

$$q = -\lambda.h \quad (1.22)$$

avec  $\lambda$  le tenseur de conductivité thermique et  $h$  le gradient thermique local. Le tenseur de conductivité thermique  $\lambda^{hom}$  du milieu homogénéisé s'exprime grâce à l'équation suivante (équation 1.23) :

$$\begin{aligned} \lambda^{hom}.H &= \langle \lambda.h \rangle \\ \lambda_{ij}^{hom}.H_j &= \langle \lambda_{ij}.h_j \rangle \end{aligned} \quad (1.23)$$

La résolution par la méthode des éléments finis du problème thermique est détaillée dans [TSNZ08].

### 1.5.3 Homogénéisation par les modèles analytiques

Cette méthode d'homogénéisation repose sur l'écriture de formes analytiques le plus souvent empiriques. Les relations qui vont suivre sont applicables à l'échelle du fil, où il est possible de dénombrer la fraction volumique de fibres et où les propriétés thermiques de chaque constituants sont connues.

#### Conductivité thermique longitudinale

Le calcul de la conductivité thermique équivalente s'apparente à l'utilisation de la loi des mélanges. La conductivité thermique longitudinale s'exprime de la manière suivante [Hal92] :

$$\lambda_L = \alpha_f \lambda_f + (1 - \alpha_f) \lambda_m \quad (1.24)$$

où  $\alpha_f$  représente la fraction volumique de fibres,  $\lambda_f$  et  $\lambda_m$  représentent respectivement les conductivités de la fibre et de la matrice et  $\lambda$  la conductivité longitudinale équivalente.

#### Conductivité thermique transverse

Lorsque l'on considère deux phases (fibres et matrice) que l'on apparente non plus à un schéma en parallèle mais cette fois en série. Il existe différentes manière d'exprimer cette conductivité [Lor07]. La conductivité thermique transverse équivalente peut notamment s'écrire :

$$\lambda_T = \frac{\lambda_m \lambda_f}{\alpha_f \lambda_m + (1 - \alpha_f) \lambda_f} \quad (1.25)$$

Lorsque la fraction volumique de fibres est faible, l'équation 5.7 devient [PYBT79] :

$$\lambda_T = \lambda_m \frac{(1 - \alpha_f) + (1 - \alpha_m)\lambda_f\lambda_f}{(1 - \alpha_f)\lambda_f + (1 + \alpha_f)\lambda_m} \quad (1.26)$$

#### 1.5.4 Homogénéisation par méthode numérique

Le calcul des propriétés effectives de matériaux composites repose sur la résolution de l'équation de la chaleur en régime stationnaire, *i.e.* lorsque  $\partial_t T = 0$ , soit :

$$\text{div}(\vec{\varphi}) = 0 \quad (1.27)$$

Avec  $\varphi$  le flux thermique défini par la loi de Fourier suivante :

$$\vec{\varphi} = -\lambda \vec{\nabla} T \quad (1.28)$$

Résoudre numériquement l'équation 4.1 revient à utiliser la méthode de corrélation flux/force [GVC04]. Celle-ci consiste à forcer le gradient thermique dans une direction de l'espace en imposant un gradient thermique unitaire sur deux faces opposées (un bord chaud à la température  $T_c$  et un bord froid à la température  $T_f$ ) en imposant une condition limite adiabatique sur toutes les autres :

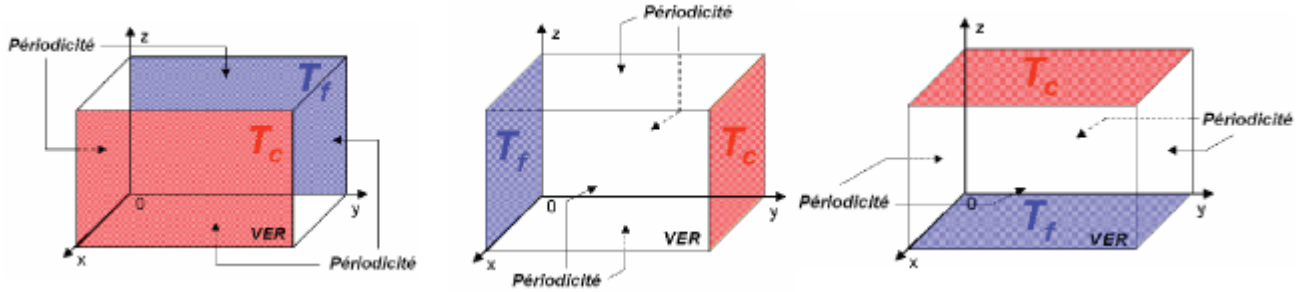


FIGURE 1.13 – Simulation numérique avec la méthode de corrélation flux/force [Lor07]

Cette méthode permet d'identifier les composantes de la matrices de conductivités explicitée en équation 1.4. Dans le cadre d'un matériau isotrope, une seule expérience suffit pour déterminer la conductivité thermique  $\lambda$  du matériau d'étude.

## 1.6 Conclusion et stratégie d'étude

Les réacteurs nucléaires de génération IV sont amenés à opérer à hautes températures et hauts flux neutroniques. Ainsi, le concept de gaine sandwich, présenté à la figure 1.4, doit répondre à un cahier des charges strict pour lequel le transfert thermique entre le combustible fissile et le fluide caloporteur doit être optimal. Plus récemment, la problématique post-Fukushima a mis en exergue l'intérêt scientifique de ce concept pour son utilisation en tant que gaine de combustible en coeur des réacteurs de générations II et III. Dans tous les cas, les propriétés thermiques de ces objets sous diverses sollicitations doivent être estimées. Cependant, la caractérisation thermique de telles structures n'est pas triviale. En effet, ces matériaux sont multicouches, fortement hétérogènes et possèdent des temps caractéristiques courts. De ce fait, il convient de développer des techniques thermographiques adaptées à leur physiologie. De plus, au vu de la complexité des éléments mis en jeu et de l'environnement extrême au sein duquel ils seront amenés à fonctionner, il est indispensable d'utiliser des outils de modélisation qui représenteront au mieux leur comportement thermique.

Ce premier chapitre a permis d'identifier les outils, tant au niveau expérimental que numérique, existant qui permettent d'étudier le comportement thermique de divers échantillons. Cela nous a permis d'aiguiller nos choix et stratégies d'études pour mener le travail qui nous a été proposé dans cette thèse.

Ainsi, dans un premier temps, nous adapterons le principe de la méthode flash à des géométries tubulaires de manière à estimer les propriétés thermiques de nos objets de manière expérimentale. Ensuite, après avoir estimé de manière expérimentale les propriétés thermiques des constituants élémentaires de la gaine sandwich, une approche numérique par démarche "matériau virtuel" sera menée. Par cette approche, des calculs thermiques seront menés sur des maillages à l'image de micrographies de nos matériaux, et ces résultats seront confrontés avec l'expérience. Finalement, une étude de sensibilité aux paramètres de conception et environnementaux de la gaine sandwich sera menée.

## Chapitre 2

# Thermocinétique sur tubes

## 2.1 Description microstructurale d'une gaine sandwich

Les diverses analyses et observations réalisées dans ce chapitre vont rendre compte de l'état du matériau et nous renseigner sur son « histoire » ou en d'autres termes, sur son chemin d'élaboration. Il convient donc de détailler le schéma d'élaboration de la gaine sandwich. La gaine sandwich est constituée de trois couches. La première possède un renfort mis en forme par enroulement filamentaire à partir de la fibre « Hi-Nicalon type S ». Un second tube métallique en tantale recristallisé est plaqué par étirage contrôlé sur ce tube d'enroulement filamentaire et constitue la deuxième couche. Ce cylindre bi-couche sert ensuite de support pour le tressage externe 2D d'une troisième et dernière couche CMC élaborée à partir de fibres Hi-Nicalon S. La matrice SiC est infiltrée par le procédé CVI après avoir déposé un fin dépôt de pyrocarbone en surface des fibres. Les dimensions sont ajustées en fin de processus par des opérations de lissages interne et externe pour atteindre les tolérances requises pour l'application nucléaire.

### 2.1.1 Échelle macroscopique

Une première observation de la gaine sandwich à l'aide d'un microscope optique à faible agrandissement permet de visualiser les différentes couches et constituants de la gaine. Comme mentionné plus tôt, le liner de tantale est intercalé entre deux couches de composite à matrice céramique (figure 2.1) .

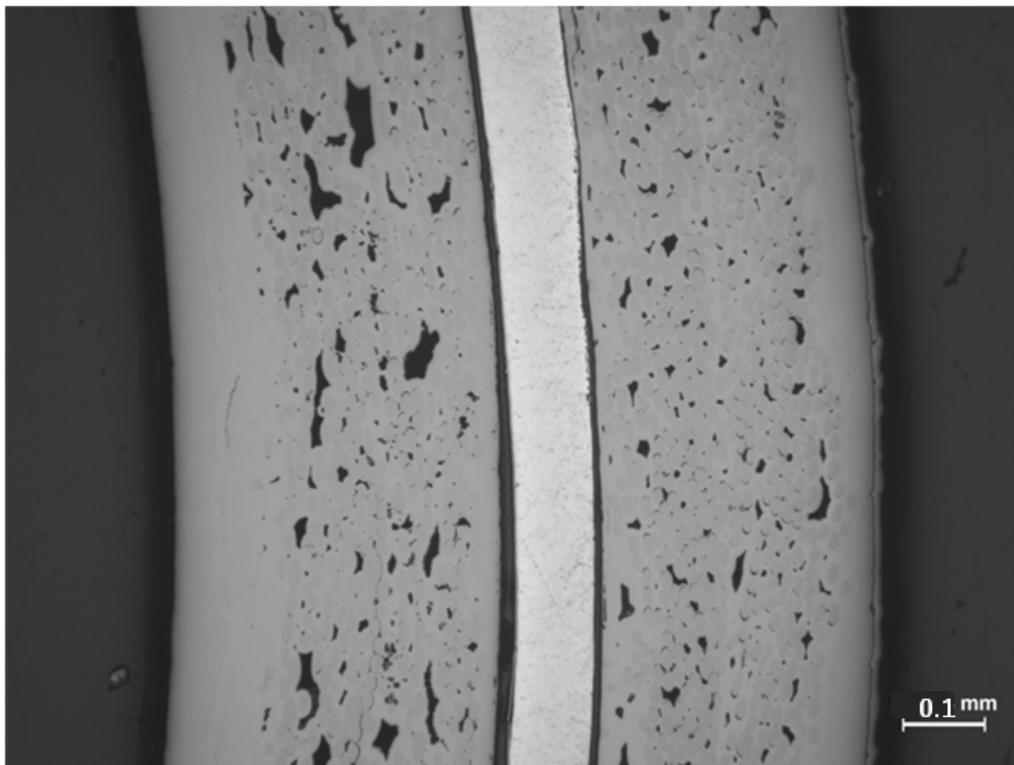


FIGURE 2.1 – Observation macroscopique d'un extrait de gaine « sandwich » par microscopie optique

Pour étudier les propriétés géométriques de la gaine sandwich, une caractérisation au microscope optique a été effectuée. Le résultat de ces caractérisations sur des observations

faites à différentes positions angulaires et sur des sections de gaine permet de vérifier la cohérence des mesures avec les dimensions annoncées par le CEA. Les mesures dimensionnelles moyennées en plusieurs points sur la circonférence de la gaine sont reportées ci-dessous en  $\mu\text{m}$  (tableau 2.1).

TABLE 2.1 – Diamètres et épaisseurs des différentes couches de la gaine mesurées

Diamètre externe	Diamètre interne	Epaisseur SiC/SiC couche interne	épaisseur liner	épaisseur SiC/SiC couche externe
$9430 \pm 20$	$7800 \pm 30$	$375 \pm 40$	$100 \pm 5$	$330 \pm 20$

Une reconstitution à partir des images acquises permet d’obtenir une vue d’ensemble de l’objet tubulaire en coupe et ainsi visualiser les zones de porosité résiduelle et de décohésion qui subsistent au sein de l’échantillon étudié (figure 2.2). A cette échelle, les observations mettent en évidence les décohésions qui subsistent entre les composants de la gaine. Bien que celles-ci soient faibles voire inexistantes sur la plupart du pourtour de la gaine, certains endroits présentent des épaisseurs de délaminages non-négligeables. Afin de pouvoir envisager des mesures thermiques sur la gaine sandwich, il sera nécessaire d’évaluer au préalable l’influence de ces décohésions. Celles-ci pourraient avoir un effet non négligeable sur le transfert thermique radial de l’objet.



FIGURE 2.2 – Image reconstituée d’une section de la gaine « sandwich » CEA étudiée



### 2.1.2 Couches composites $SiC_f/SiC$

Les couches d'enroulement et tressée 2D sont toutes deux des composites renforcés par des fibres  $SiC$  Hi-Nicalon type S de dernière génération avec une matrice  $SiC$  élaborée par CVI. Leurs compositions sont par conséquent très proches et de nombreuses similitudes sont observées dans leurs structures malgré une architecture fibreuse qui diffère. Pour la suite du document, les indexations suivantes seront considérées :

- |                                     |                                    |
|-------------------------------------|------------------------------------|
| A : Décohésions liner / tresse      | E : Décohésion liner / enroulement |
| B : Fissurations dans la tresse     | P : Macroporosité (inter-fils)     |
| C : Contact parfait liner / tresse  | Q : Microporosité (intra-fil)      |
| D : Fissuration interne à la tresse |                                    |

Dans ces deux couches en composites, nous pouvons observer des porosités intra-fils et inter-fils. Des décohésions, imputables à la méthode de préparation, sont également présentes à plusieurs endroits à cette échelle comme cela est illustré sur les microscopies ci-dessous (figure 2.3).

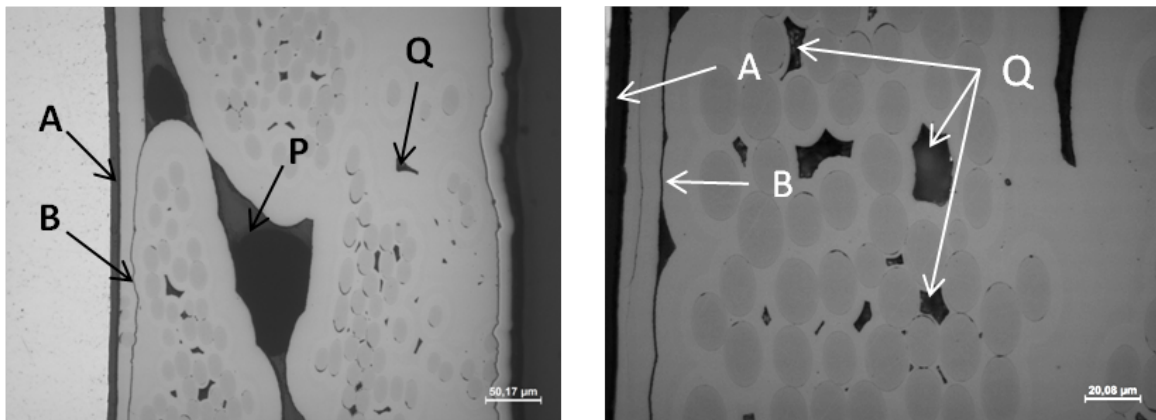


FIGURE 2.3 – Porosités inter et intra fils au sein de la couche composite tressée 2D

La direction privilégiée vis-à-vis du transfert de chaleur entre le combustible et le fluide caloporteur est la direction dans le sens de l'épaisseur (radiale). Les préoccupations vis-à-vis des transferts de chaleur dans les deux autres directions, à savoir les directions transverses et longitudinales, sont également d'importance mais dans une moindre mesure. Comme nous pouvons l'observer sur la figure 2.3, il existe des zones de décohésions entre le liner métallique et les couches composites (A,E). Certains endroits sont plus affectés que d'autres. Cependant, sur la coupe réalisée, des zones où le liner métallique est solidaire du composite tressé 2D sont bien présentes (C) et devraient contribuer à un transfert thermique optimal dans l'épaisseur du tube. Par contre, la présence de fissurations d'origine matricielle (D) crée également une barrière thermique qui atténuera nécessairement les effets positifs de ce bon contact.

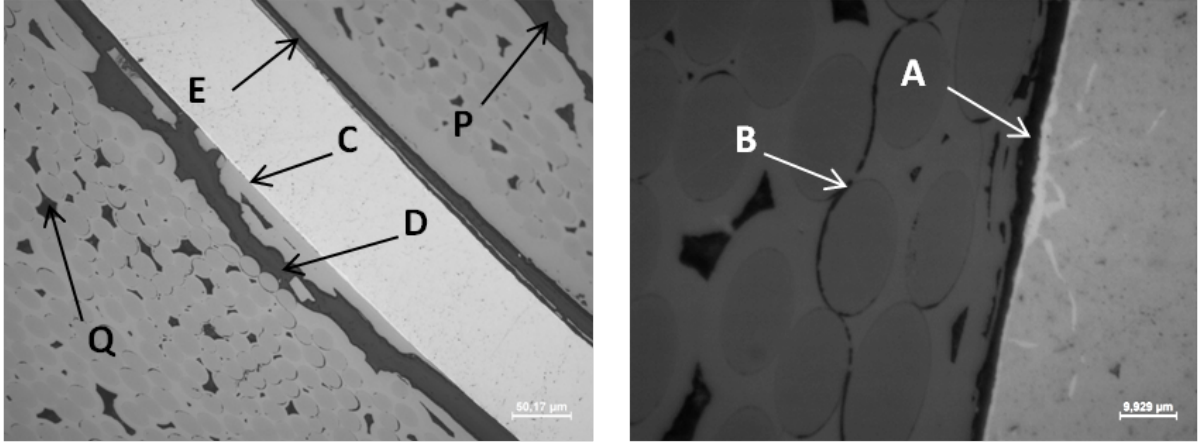


FIGURE 2.4 – Décohésions interfaciales et fissuration

La présence des décohésions relevées par les micrographies des figures 2.3 et 2.4, présentes des deux côtés du liner métallique, peuvent s'expliquer par la dilatation différentielle des deux matériaux. En effet, lors de l'élaboration, le composite interne dont l'architecture est enroulée est le premier à être fabriqué. Sa surface externe est préparée pour épouser au mieux la surface interne du liner tubulaire qui est ensuite plaqué à froid sur celle-ci. Le tressage de la couche de composite extérieure est ensuite directement mis en forme sur la face externe de ce liner avant d'être infiltré de la matrice SiC par voie gazeuse à 1000 °C. Ainsi, l'origine des décohésions (lorsque celles-ci ne sont pas imputables à la méthode de préparation) est attribuée au cycle de traitement thermique subi par l'objet lors de l'infiltration de la couche composite tressée externe. Les coefficients de dilatation thermique du SiC et du tantale n'étant pas identiques ( $\alpha_{25C} = 4,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$  pour le SiC [JG05] [Gui98] et  $\alpha_{25C} = 6,4 \cdot 10^{-6} K^{-1}$  pour le tantale [CKHC96]), l'élaboration à haute température génère des contraintes internes aux interfaces à la redescende à température ambiante que la gaine ne peut accommoder sans décohésion. La dilatation différentielle implique ainsi partiellement des décohésions entre les deux constituants SiC et tantale. Celles-ci sont plus prononcées entre la couche de composite interne et le liner. Il est possible d'estimer l'épaisseur maximale due à la dilatation thermique grâce à l'expression 2.1 dans le cas le plus défavorable [MP12].

$$\Delta L = \Delta \alpha \cdot L_0 \cdot \Delta T \quad (2.1)$$

Considérant une variation de température de 1000 °C entre la température d'élaboration et le retour à la température ambiante, une longueur  $L_0$  de 1 cm correspondant au diamètre du tube et  $\alpha$  la différence entre les deux coefficients de dilatation thermique soit environ  $2 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ , on obtient un écart de l'ordre de  $10 \mu m$ . Cette distance correspond bien à l'ordre de grandeur des valeurs mesurées sur les clichés et reportées dans le tableau 2.2.

Une autre caractéristique liée au procédé d'élaboration des composites est le taux de porosité résiduel qui subsiste au sein des fils. Lorsque les fibres sont trop serrées, elles peuvent obstruer la pénétration des gaz précurseurs de matrice au coeur du fil. La matrice peut donc laisser des fibres à nu. Ce phénomène est illustré sur la figure 2.5.

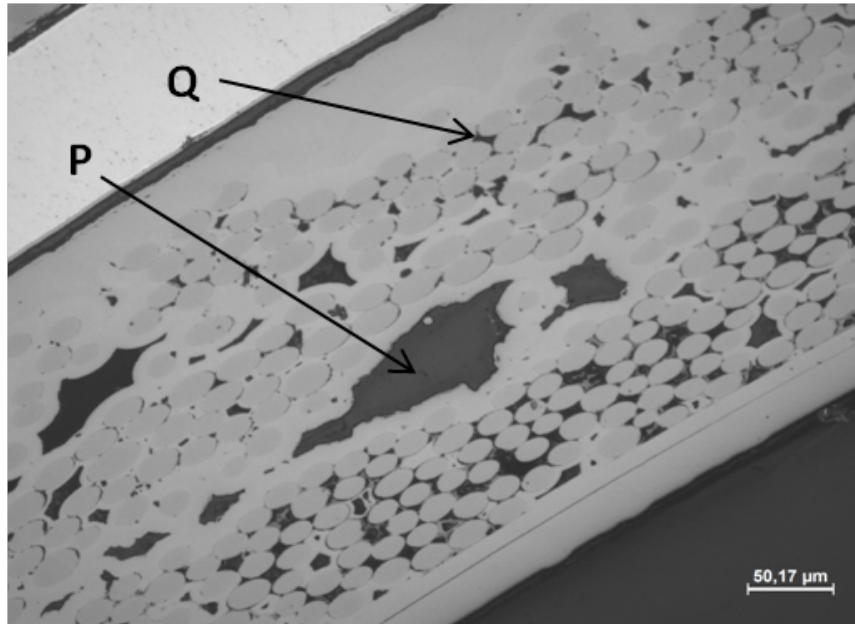


FIGURE 2.5 – Porosité résiduelle intra-fil (Q) et inter-fil (P) de la couche composite interne élaborée par enroulement filamentaire

Pour quantifier les défauts présents au sein et entre les fils ainsi qu'entre les différentes couches, une méthode par analyse d'image à l'aide du logiciel ImageJ a été utilisée. Différentes images ont ainsi pu être seuillées et filtrées, comme cela est explicité sur la figure 2.6. Ces mêmes images seront aussi utilisées pour calculer les angles d'enroulement et de tressage par mesure des demis petits et grands axes des fibres pour chaque couche composite.

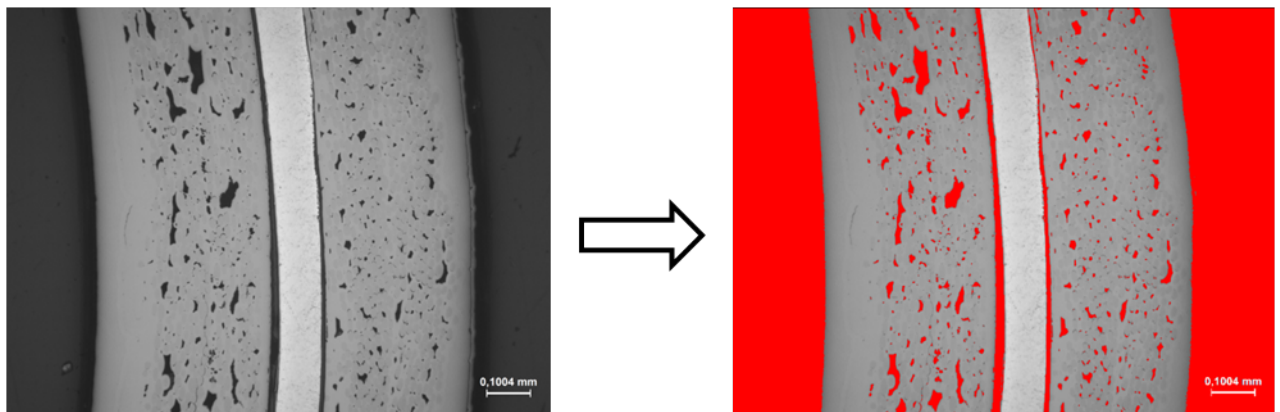


FIGURE 2.6 – Filtrage d'une image avec le logiciel ImageJ

A l'aide d'une méthode statistique, les observations en coupe de la gaine nous indiquent une épaisseur moyenne de décohésion de  $5,1 \mu\text{m}$  entre la couche tressée et le liner métallique et de  $13 \mu\text{m}$  entre la couche enroulée et le liner en tantale. Les résultats de ces mesures, obtenues par analyse d'image, sont reportés dans le tableau 2.2. De plus, d'autres observations du composite interne élaboré par enroulement ont également mis en évidence une porosité importante entre les deux fils hélicoïdaux (porosité inter-fil)

contrairement au tressage qui contient surtout des porosités intra-fil (figure 2.7). Une analyse d'image permet de quantifier les taux de porosité intra-fil (cf. valeurs fournies dans le tableau 2.2). L'enroulement filamentaire présente un taux de porosité intra-fil supérieur à celui du composite tressé 2D. La porosité inter-fil sera cependant inférieure pour la couche de tressage 2D.

Pour l'application gainage, la couche en composite enroulée est celle qui se trouve au plus près du combustible nucléaire. Elle est réalisée à partir de fils enroulés de façon hélicoïdale en une seule couche. L'angle d'enroulement du matériau d'étude de la thèse est proche de  $55^\circ$  par rapport à l'axe du tube. Il est possible de mesurer cet angle en nous focalisant sur l'observation de fibres SiC constitutives des fils. En effet, lorsque l'observation est réalisée selon un plan de coupe dont la normale est non colinéaire avec l'axe longitudinal, la section des fibres coupées est elliptique. La mesure du grand axe et du petit axe de ces ellipses permet de remonter à l'inclinaison de la fibre et donc à l'angle d'enroulement. Cette méthode permet de vérifier l'angle d'enroulement. Il en est de même pour la couche tressée extérieure.

TABLE 2.2 – Caractéristiques mesurées sur les couches de la gaine

Couche de composite	Taux de porosité intra-fils	Inclinaison moyenne des fibres	épaisseur moyenne de l'interface avec le liner métallique
Tressage 2D	5.8 %	$55 \pm 5.5^\circ$	$5.1 \pm 3.7 \mu\text{m}$
Enroulement	8.8 %	$55 \pm 4.9^\circ$	$13 \pm 3.3 \mu\text{m}$

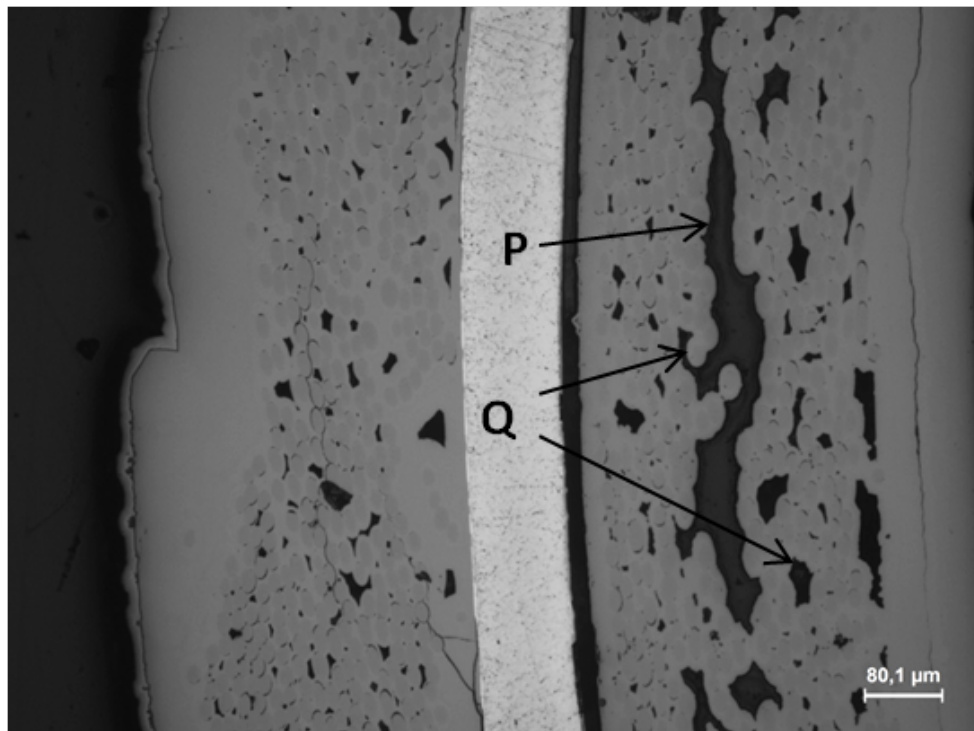


FIGURE 2.7 – Porosité inter-fil (P) et intra-fil (Q) de la couche d'enroulement filamentaire

### 2.1.3 Liner en tantale

Le liner métallique est une partie essentielle de la gaine sandwich car il confère l'étanchéité de l'objet vis-à-vis du fluide caloporteur et des produits de fission. Après avoir mesuré l'épaisseur de ce matériau dans la gaine, le but est ici de vérifier la microstructure de ce métal. En effet, pour réaliser ce tube, la matière a subi des contraintes d'étirement dans la direction du tube par laminage, modifiant la forme et l'orientation des grains. Cependant, le liner ayant subi un traitement de recristallisation, ses grains devraient normalement être équiaxes.

Une observation MEB en mode électrons rétrodiffusés permet de révéler très nettement la microstructure du tantale (figure 2.8).

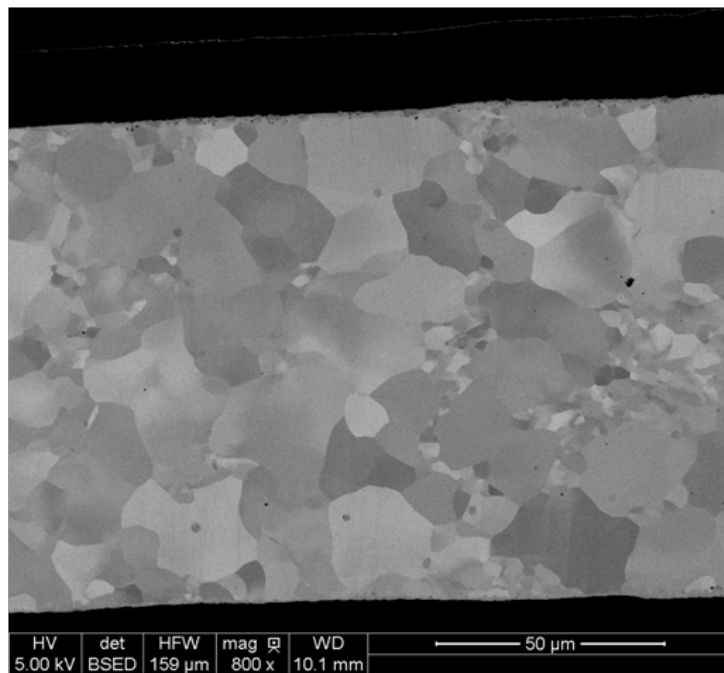


FIGURE 2.8 – Microstructure du liner métallique à grains équiaxes (MEB)

La microstructure met en avant deux populations de grains équiaxes :

- certains petits de l'ordre du micromètre ;
- d'autres mesurés à environ 15  $\mu\text{m}$  de diamètre

La présence de ces grains équiaxes confirme que la recristallisation du tantale a bien eu lieu. Si les grains avaient été allongés (et non équiaxes) l'impact de directions préférentielles du transfert thermique aurait pu être discuté, bien que celui-ci ne soit a priori par primordial, la conduction de la chaleur étant portée par les électrons dans les métaux. Dans toute la suite de l'étude, le transfert thermique au sein du liner sera considéré comme isotrope.

Les propriétés géométriques de la structure gaine étant désormais connues (épaisseur totale et épaisseurs couche par couche des constituants notamment), il est désormais possible de développer des modèles et moyens expérimentaux adaptés à celle-ci en vue d'estimer ses propriétés thermiques.

## 2.2 Présentation du banc d'expérience

Le montage expérimental développé pour la caractérisation d'objets tubulaires est représenté schématiquement sur la figure 2.9. Il permet d'exciter simultanément des échantillons tubulaires par quatre lampes flash équitablement disposées autour de ceux-ci. Les informations sont récupérées, soit en face avant par une visée directe de la caméra infrarouge (IR), soit en face arrière grâce à un miroir réfléchissant le signal placé à l'intérieur du tube. L'excitation par quatre lampes flash permet de considérer notre excitation comme homogène et uniforme sur toute la longueur utile du tube, satisfaisant ainsi l'hypothèse d'un transfert monodimensionnel 1D. Notons que le banc d'essai a été conçu pour que la caméra IR puisse pivoter entre les deux positions (face avant et face arrière), pour passer d'une configuration à l'autre rapidement.

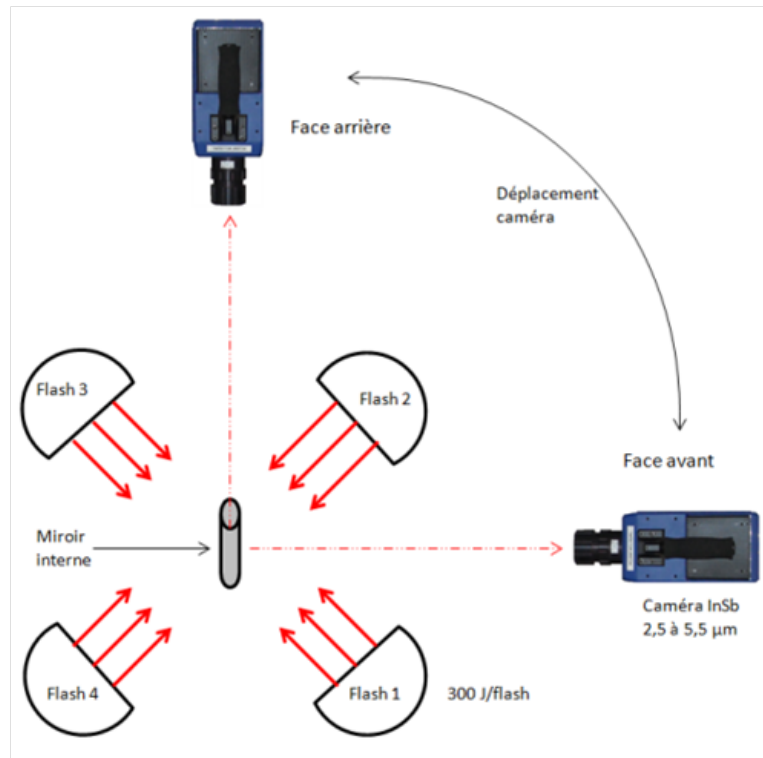


FIGURE 2.9 – Représentation schématique du montage expérimental "flash"

Le miroir possède un angle de  $45^\circ$  permettant de réfléchir le signal. Pour obtenir un meilleur coefficient de réflexion, celui-ci est constitué d'une fine couche d'or (réflexion jusqu'à 98% dans le spectre infrarouge contre 90% pour l'argent par exemple). Le miroir utilisé est présenté en figure 2.10.



FIGURE 2.10 – Système réflecteur pour une mesure face arrière

Pour les besoins d'adaptabilité et de précision de la mesure, quelques modifications ont été apportées à ce dispositif. Premièrement, le banc a été équipé d'une plateforme motorisée sur laquelle le tube est fixé, lui permettant une rotation et un déplacement vertical. Une excitation de toute la surface extérieure des tubes est donc possible. Ensuite, des filtres ont été installés sur les lampes de façon à "bloquer" le rayonnement infrarouge et proche infrarouge pour ne pas perturber le signal caméra lors des expériences. Enfin, une photodiode a été mise en place sur le banc d'essai pour mesurer précisément la réponse temporelle de l'excitation et rendre compte du flux de chaleur reçu par l'échantillon lors de l'expérience. Des photos du montage sont présentées sur la figure 2.11.

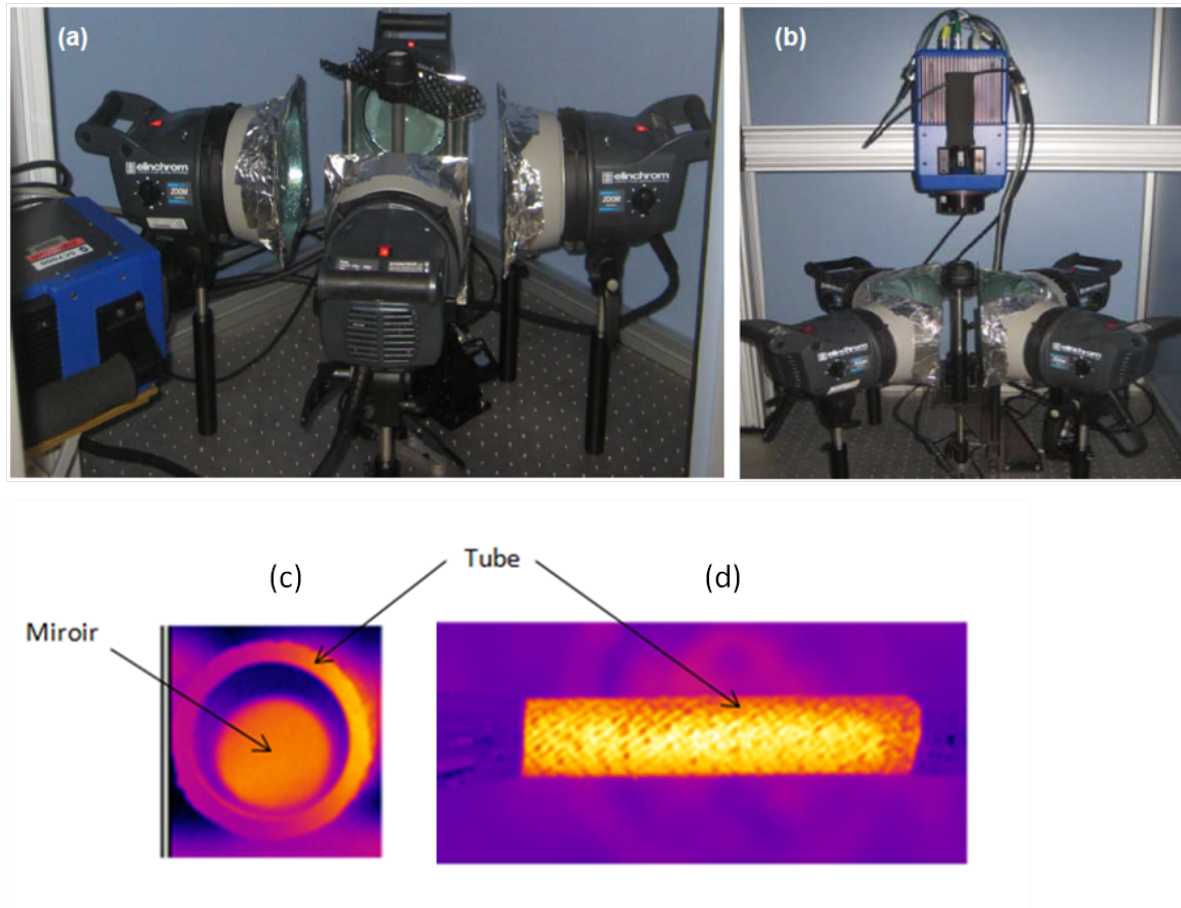


FIGURE 2.11 – Dispositif expérimental dans ses configurations (a) face avant avec un suivi de température direct et (b) face arrière avec un suivi de température réfléchi. Images IR obtenues par la caméra après un flash (c) en face arrière (d) en face avant

A titre d'illustration, la figure 2.12 représente les thermogrammes simulés et expérimentaux en face avant et face arrière, obtenus sur un échantillon tubulaire en SiC monolithique sur le banc de mesure décrit.



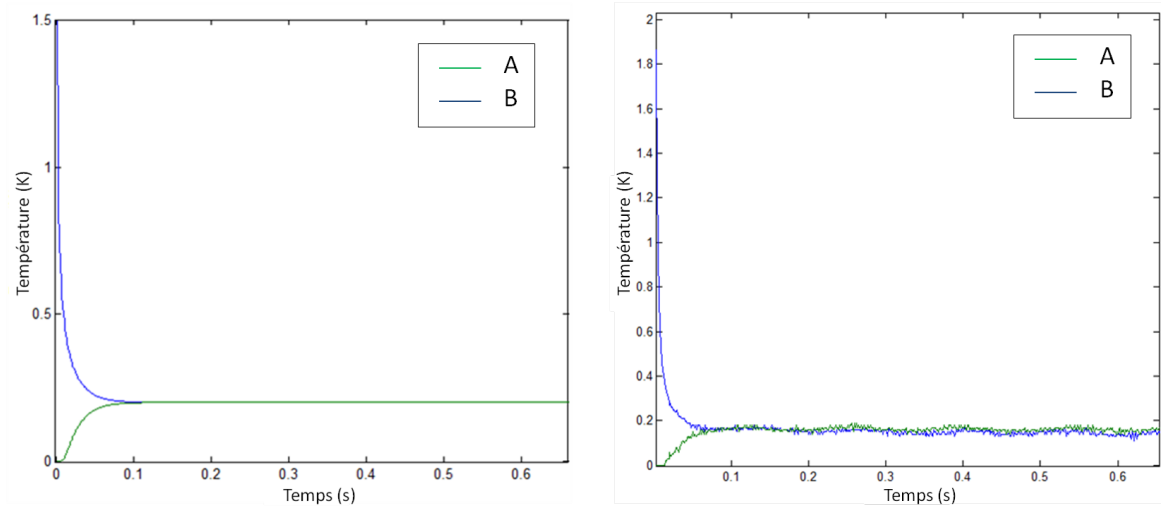


FIGURE 2.12 – Thermogrammes simulés (gauche) et expérimentaux (droite) d’expériences face arrière (A) et face avant (B) sur SiC monolithique tubulaire

### 2.3 Positionnement du problème

Comme cela a été montré dans le chapitre 1, la méthode flash est choisie comme moyen expérimental pour caractériser les propriétés thermiques de nos structures au vu des avantages qu’elle présente en termes de praticité, de mise en oeuvre et de large gamme de fréquence caractéristiques auquel elle s’applique. Etant donné le caractère tubulaire de nos échantillons, il convient de développer les équations de la thermique dans un repère adapté à nos géométries. Dans toute la suite de l’étude, les trois directions de l’espace en coordonnées cylindriques (radiale, transverse et longitudinale) sont définies selon le repère représenté en figure 2.13.

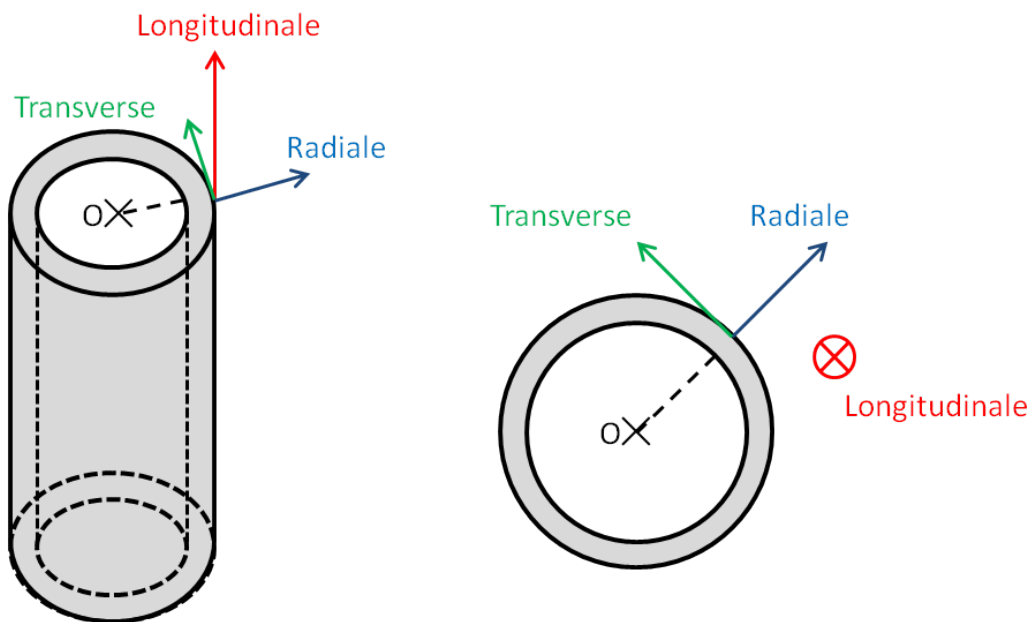


FIGURE 2.13 – Définition du repère et des axes d’étude en coordonnées cylindriques



### 2.3.1 Mise en équation

La méthode flash appliquée à un matériau tubulaire est schématisée comme suit :

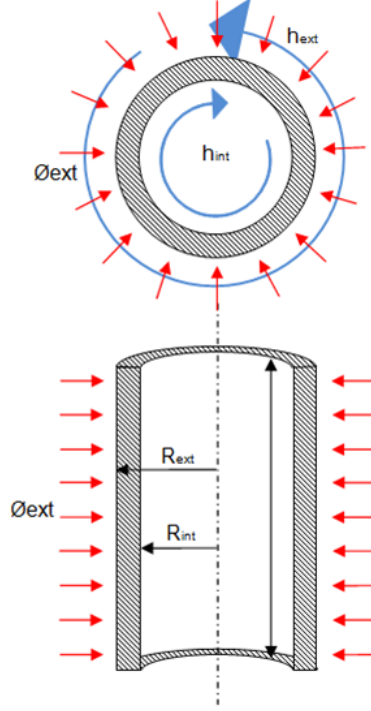


FIGURE 2.14 – Représentation schématique d'un flash face avant sur un objet tubulaire

où  $R_{int}$  et  $R_{ext}$  représentent les rayons (en  $m$ ),  $\phi_{int}$  et  $\phi_{ext}$  les flux (en  $W.m^{-2}$ ) et  $h_{int}$  et  $h_{ext}$  les pertes par convection (en  $W.m^{-2}$ ) respectivement intérieur et extérieur du tube. La mise en équation de la réponse thermique d'un échantillon quelconque dans un repère cylindrique dans les configurations face avant et face arrière est présentée équation 2.2.

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} \right) = \frac{1}{a} \frac{\partial T}{\partial t} \quad (2.2)$$

$$\begin{cases} \phi_{int} = -\lambda S_{int} \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} = -S_{int} h_{int} (T - T_{\infty}) \\ \phi_{ext} = -\lambda S_{ext} \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} = QP(t) + S_{ext} h_{ext} (T - T_{\infty}) \end{cases} \quad (2.3)$$

où  $S_{int}$  et  $S_{ext}$  représentent les surfaces interne et externe du tube (en  $m$ ),  $P(t)$  la forme de l'excitation et où  $T_{\infty}$  est considérée nulle. Pour résoudre cette équation, le formalisme des quadripôles thermiques adapté aux géométries tubulaires dans l'espace de Laplace est utilisé. Il convient donc de résoudre le système suivant :

$$\begin{pmatrix} \theta_e \\ \phi_e \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \theta_s \\ \phi_s \end{pmatrix} \quad (2.4)$$

En posant  $\xi_{int} = \sqrt{\frac{p}{a}} R_{int}$  et  $\xi_{ext} = \sqrt{\frac{p}{a}} R_{ext}$ , les coefficients  $A$ ,  $B$ ,  $C$  et  $D$  de la matrice quadripolaires sont définis par [SC06] :

$$\begin{aligned}
 A &= \xi_{ext} \left[ K_1(\xi_{ext}) I_0(\xi_{int}) + K_0(\xi_{int}) I_1(\xi_{ext}) \right] \\
 B &= \frac{1}{2\pi\lambda L} \left[ K_0(\xi_{int}) I_0(\xi_{ext}) - K_0(\xi_{ext}) I_0(\xi_{int}) \right] \\
 C &= 2\pi L \rho C_p R_{int} R_{ext} \left[ K_1(\xi_{int}) I_1(\xi_{ext}) + K_1(\xi_{ext}) I_1(\xi_{int}) \right] \\
 A &= \xi_{int} \left[ K_0(\xi_{ext}) I_1(\xi_{int}) + K_1(\xi_{int}) I_0(\xi_{ext}) \right]
 \end{aligned}$$

### 2.3.2 Résolution générale

Dans le cadre d'une méthode flash, le flux d'entrée  $\phi_e$  correspond à la densité de puissance  $Q$  (en  $W.m^{-2}$ ) imposée à la surface extérieure sur une durée  $\tau$  (en  $s$ ). Le formalisme des quadripôles permet de définir la forme de l'excitation thermique  $P$  imposée à l'échantillon sur ce temps  $\tau$  (créneau, rampe, Dirac, etc.). Dans l'espace de Laplace, sa transformée s'écrit  $L(P(t))$ . En présence de pertes convectives sur les surfaces intérieures et extérieures du tube (respectivement  $h_{int}$  et  $h_{ext}$ ), le système 2.4 devient :

$$\begin{pmatrix} \theta_e \\ Q.L(P(t)) + S_{ext}h_{ext}\theta_e \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \theta_s \\ -S_{int}h_{int}\theta_{int} \end{pmatrix} \quad (2.5)$$

La résolution du système 2.5 dans l'espace de Laplace permet d'exprimer les températures  $\theta_{int}$  et  $\theta_{ext}$  selon :

$$\theta_{int} = \frac{Q.L(P(t))S_{ext}}{C + Ah_{int}S_{int} + Dh_{ext}S_{ext} + Bh_{int}S_{int}h_{ext}S_{ext}} \quad (2.6)$$

$$\theta_{ext} = \frac{Q.L(P(t))S_{ext}(A + Bh_{int}S_{int})}{C + Ah_{int}S_{int} + Dh_{ext}S_{ext} + Bh_{int}S_{int}h_{ext}S_{ext}} \quad (2.7)$$

En pratique, il est courant de considérer les pertes thermiques par convection identiques de part et d'autre de l'échantillon. On pose donc  $h_{ext} = h_{int} = h$ . Le nombre de Biot  $H$  est défini par l'expression suivante :

$$H = \frac{h(R_{ext} - R_{int})}{\lambda} = \frac{he}{\lambda} \quad (2.8)$$

En effectuant le changement de variable 2.9, il devient possible d'exprimer les températures réduites dans l'espace de Laplace selon deux seules inconnues que sont la diffusivité

thermique  $a$  et le nombre de Biot  $H$ . En considérant  $V$  le volume de l'échantillon cylindrique, la température réduite  $\theta^*$  s'exprime par :

$$\theta^* = \frac{\rho C_p V}{Q} \theta \quad (2.9)$$

Les équations 2.6 et 2.7 deviennent :

$$\theta_{int}^* = \frac{-V}{R_{int}} \frac{L(P(t))}{pC^* + \frac{aH}{e} \sqrt{\frac{e}{a}} (A^* + D^* + \frac{aH^2}{e^2} B^*)} \quad (2.10)$$

$$\theta_{ext}^* = -V \frac{L(P(t)) \left( \sqrt{\frac{e}{a}} A^* + \frac{H}{e} B^* \right)}{pC^* + \frac{aH}{e} \sqrt{\frac{e}{a}} (A^* + D^* + \frac{aH^2}{e^2} B^*)} \quad (2.11)$$

où  $A^*$ ,  $B^*$ ,  $C^*$  et  $D^*$  correspondent à :

$$\begin{aligned} A^* &= \left[ K_1(\xi_{ext}) I_0(\xi_{int}) + K_0(\xi_{int}) I_1(\xi_{ext}) \right] \\ B^* &= \left[ K_0(\xi_{int}) I_0(\xi_{ext}) - K_0(\xi_{ext}) I_0(\xi_{int}) \right] \\ C^* &= \left[ K_1(\xi_{int}) I_1(\xi_{ext}) + K_1(\xi_{ext}) I_1(\xi_{int}) \right] \\ A^* &= \left[ K_0(\xi_{ext}) I_1(\xi_{int}) + K_1(\xi_{int}) I_0(\xi_{ext}) \right] \end{aligned}$$

### 2.3.3 Retour dans l'espace temporel

Le retour dans l'espace temporel est accessible numériquement grâce à un algorithme d'inversion développé par Stehfest [Ste70]. Les températures intérieure et extérieure  $\theta_{int}$  et  $\theta_{ext}$  sont exprimées dans l'espace réel via l'expression :

$$T_i(t) = \frac{\ln(2)}{t} \sum_{j=1}^{10} V_j \theta_i(p) \times \left( \frac{j \ln(2)}{t} \right) \quad (2.12)$$

où  $V_i$  sont les coefficients de Stehfest définis par :

$$\begin{aligned} V_1 &= 0.08333333 & V_6 &= -236957.6129 \\ V_2 &= -32.08333333 & V_7 &= 375911.6923 \\ V_3 &= 1279.000076 & V_8 &= -345911.6923 \\ V_4 &= -15623.66689 & V_9 &= 164062.5128 \\ V_5 &= 84244.16946 & V_{10} &= -32812.50256 \end{aligned}$$

## 2.4 Simplification du problème initial

### 2.4.1 Sensibilité réduite à la diffusivité

Le domaine sur lequel la diffusivité pourra être estimée est défini grâce à une étude de sensibilité. Celle-ci est réalisée grâce à l'expression de la dérivée de l'élévation de température après un flash  $\partial T$  par rapport à la diffusivité  $a$  :

$$S_a = -a \left( \frac{\partial T}{\partial a} \right) \quad (2.13)$$

La courbe de sensibilité de la température  $T$  réduite à la diffusivité thermique est présentée figure 2.15 :

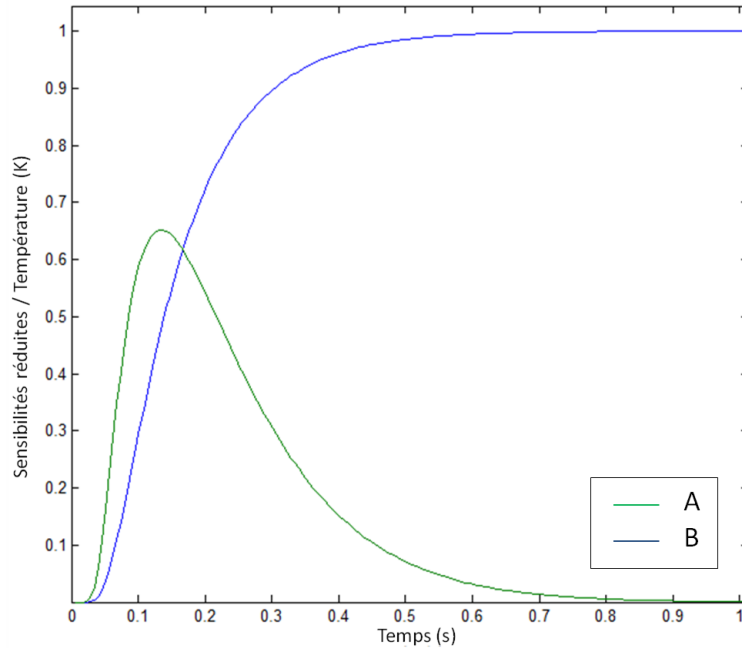


FIGURE 2.15 – Courbe de sensibilité réduite à la diffusivité thermique (A) superposée au thermogramme face arrière associé (B)

La diffusivité thermique sera estimée sur les temps courts, correspondant au domaine temporel caractéristique du milieu semi-infini de l'échantillon d'étude (*i.e.* lorsque le milieu est considéré comme thermiquement épais). Il convient d'étudier l'influence des différents paramètres pouvant interférer sur cette plage temporelle d'estimation de la diffusivité  $a$ .

### 2.4.2 Hypothèses pour l'estimation de la diffusivité thermique

#### Influence de la forme de l'excitation

Lors de l'expérience flash, la durée de celui-ci n'est en pratique pas infiniment courte. En effet, lors de la décharge des condensateurs, les lampes restent allumées pendant une

durée  $\tau$  non-nulle. La forme de cette excitation se rapproche en fait d'une gaussienne, et son expression temporelle se définit par l'égalité 2.14 [SFAM11] :

$$P(t) = \left( \frac{t^\alpha}{\tau^{1+\alpha}} \right) \exp \left( -\frac{t}{\tau} \right) \quad (2.14)$$

La transformée de Laplace  $L(P(t))$  de la quantité  $P(t)$  introduite en équation 2.5 s'écrit :

$$L(P(t)) = \frac{1}{(1 + p\tau)^{1+\alpha}} \quad (2.15)$$

Pour une durée  $\tau$  arbitraire, la forme de l'excitation est représentée figure 2.16. En réalité, le temps de flash relevé grâce à la photodiode est de 5 ms. Pour étudier l'influence du temps de flash, il convient d'en étudier la sensibilité réduite :

$$S_\tau = -\tau \frac{\partial T}{\partial \tau} \quad (2.16)$$

La sensibilité réduite au temps de flash est représentée figure 2.16. Lorsque la sensibilité à la diffusivité est maximale, l'influence du flash est minime. Au vu des durées de flashes mises en jeu,  $\tau$  ayant été mesuré à 5 ms, et des plages de temps sélectionnées pour l'estimation de la propriété thermique, la forme du flash pourra donc être écartée des paramètres à minimiser.

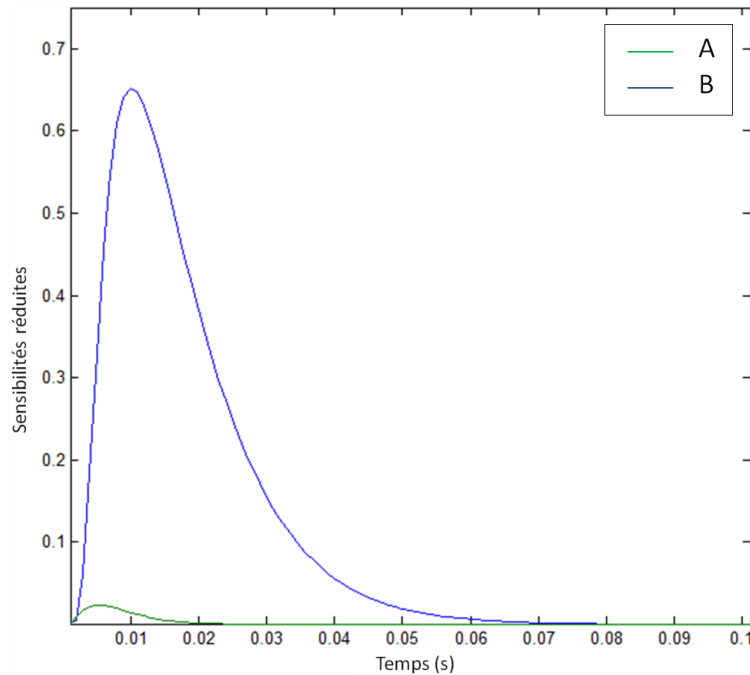


FIGURE 2.16 – Sensibilités réduites aux temps de flash  $\tau$  (A) et à la diffusivité thermique (B)

### Influence des pertes thermiques par convection

De la même manière, une étude de sensibilité réduite au paramètre "perte" est menée. Les résultats obtenus sont reportés sur la figure 2.17.

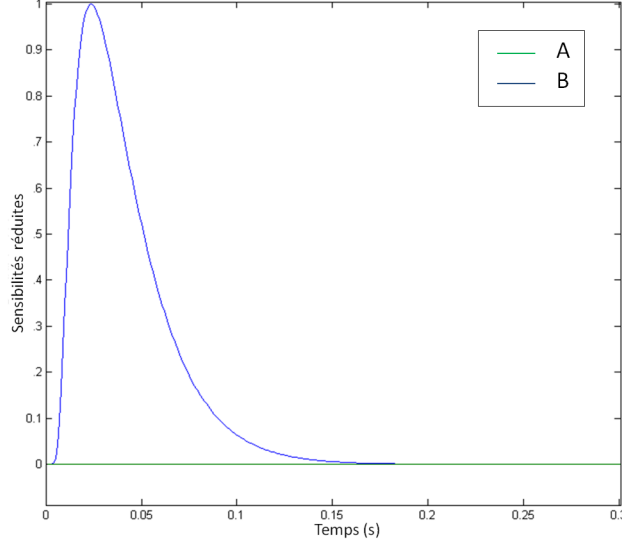


FIGURE 2.17 – Sensibilités réduites aux pertes  $h$  (A) et à la diffusivité thermique (B)

Sur la plage de temps d'estimation de la diffusivité thermique d'échantillons conducteurs, les pertes n'ont aucune influence sur le signal thermique (pour  $h = 5W.m^{-1}.K^{-1}$ ). Lorsque la valeur de diffusivité thermique mise en jeu sera élevée, les pertes thermiques seront écartées des paramètres à minimiser dans le modèle d'estimation.

### Influence du rayon de courbure

Pour l'étude d'un transfert thermique au sein d'un objet tubulaire, les équations en coordonnées cylindriques semblent les plus adaptées. Cependant, il est assez compréhensible que si le rayon de courbure est très faible, l'échantillon tubulaire pourra être considéré comme un échantillon localement plan. Selon [SGC06], lorsque l'excitation est homogène et équitablement répartie (permettant ainsi de considérer l'hypothèse de transfert unidirectionnel), l'échantillon peut être décrit par les équations relatives à un milieu plan lorsque :

$$\frac{e}{R_{int}} < 0.5 \quad (2.17)$$

En d'autres termes, si l'épaisseur du matériau ne dépasse pas strictement le tiers de la valeur du rayon externe  $R_{ext}$ , le transfert de chaleur pourra être décrit grâce aux solutions analytiques de l'équation de la chaleur par séries de Fourier sur un échantillon plan.

Un thermogramme face arrière simulé avec les solutions analytiques par séries de Fourier planes et avec le formalisme des quadripôles cylindriques pour un échantillon tubulaire d'une épaisseur de 2mm et ayant un rayon interne de 5mm (soit un rapport de 0.4) est présenté en figure 2.18. Cette figure confirme que pour un rapport inférieur à 0.5, l'écart

entre solutions planes et cylindrique est négligeable et donc que les équations planes suffisent à décrire le comportement thermique du matériau tubulaire dans le sens de l'épaisseur, dès lors qu'il respecte la condition 2.17.

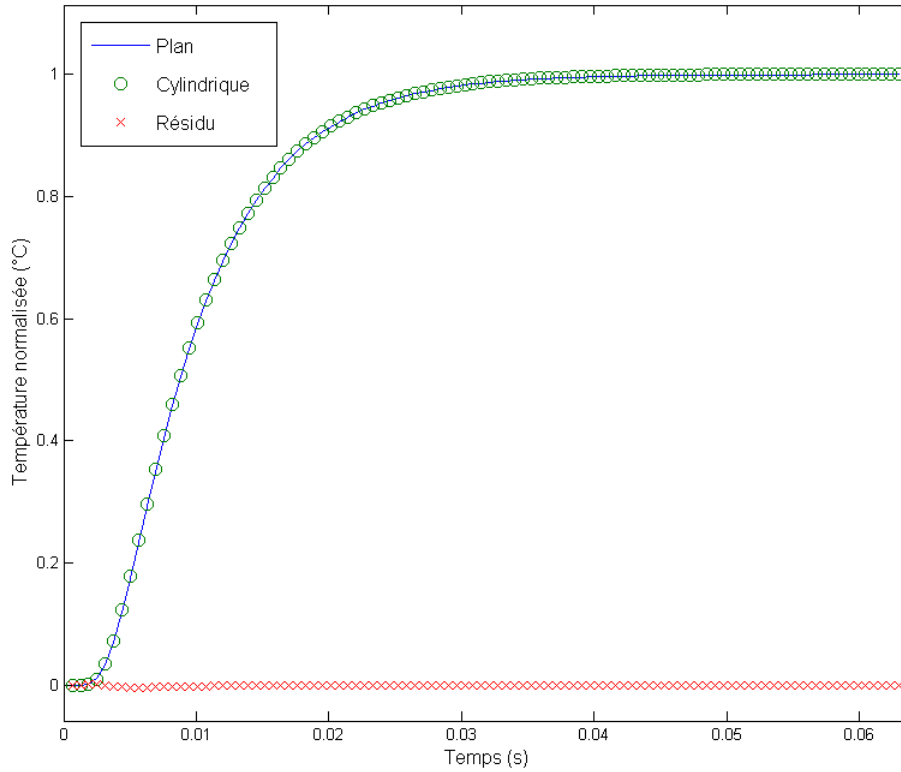


FIGURE 2.18 – Thermogrammes face arrière plan / cylindrique sur échantillon tubulaire

### 2.4.3 Simplification du problème initial pour l'estimation de la diffusivité thermique

#### Bilan de l'influence des paramètres mis en jeu

Le choix du modèle d'estimation va être conditionné par le rayon de courbure ainsi que par le caractère conducteur ou non de celui-ci. Il convient donc de l'identifier pour les différents échantillons dont nous devons estimer les propriétés.

#### a) L'échantillon de référence :

L'échantillon utilisé pour valider le banc d'expérience est un tube de SiC monolithique (provenance Boostec, groupe MERSEN) de rayon interne  $R_{int} = 5,4 \text{ mm}$  et externe  $R_{ext} = 7,5 \text{ mm}$  et de diffusivité thermique  $a = 70 \text{ mm}^2.s^{-1}$ . L'analyse de sensibilité considérant ces données géométriques et thermiques sont reportés figure 2.19.

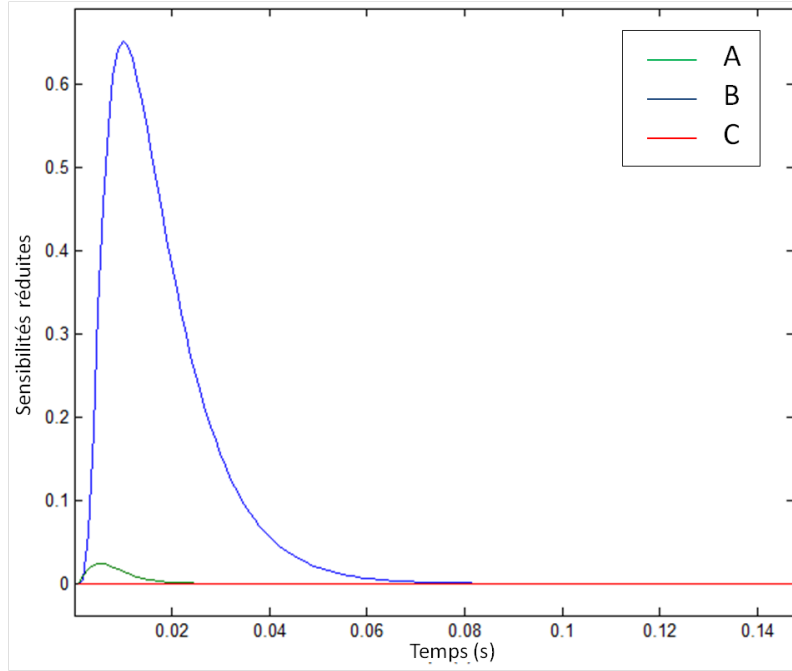


FIGURE 2.19 – Sensibilités réduites aux temps de flash  $\tau$  (A), à la diffusivité thermique (B) et aux pertes (C) pour un échantillon de SiC monolithique

L'influence de la durée du flash ainsi que des pertes thermiques est clairement négligeable, et ne sera donc pas prise en compte dans le modèle d'estimation. De plus, le rayon de courbure est ici de  $\frac{1}{5} < 0.5$ . Selon l'inégalité de Salazar [SGC06], les solutions analytiques de Fourier plan seront suffisantes pour estimer les propriétés thermiques.

#### b) L'échantillon "réel" :

Les échantillons dont nous devons caractériser les propriétés thermiques sont les couches composites mises en jeu dans la conception de la gaine sandwich, à savoir un tube de composite  $SiC_f/SiC$  tressé 2D et un tube de  $SiC_f/SiC$  d'enroulement filamentaire. Pour respecter le cahier des charges, ces deux tubes doivent présenter une conductivité thermique d'au moins  $10 W.m^{-1}.K^{-1}$  en conditions de fonctionnement (RNR-G). Ils sont donc à priori assez conducteurs pour négliger les pertes thermiques par convection. De plus, les rapports entre épaisseurs et rayons de courbures (cf. inégalité 2.17) de la couche de tressage et d'enroulement filamentaire, calculés respectivement à 0,04 et 0,05, sont tous deux inférieurs à 0,5. Par conséquent, les solutions analytiques par séries de Fourier en coordonnées planes seront également suffisantes pour estimer les propriétés thermiques de ces échantillons.

#### Hypothèses et stratégie d'étude

La forme du flash n'étant pas déterminante dans l'estimation des paramètres, comme le montre la figure 2.16, l'excitation thermique choisie dans le modèle d'estimation sera la plus simple, *i.e.* une excitation d'intensité  $Q$  sur un Dirac de temps  $\delta(t)$ . L'équation 2.5 s'écrit ainsi :



$$\begin{pmatrix} \theta_e \\ Q + S_{ext}h_{ext}\theta_e \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \theta_s \\ -S_{int}h_{int}\theta_{int} \end{pmatrix} \quad (2.18)$$

De plus, l'influence des pertes est un paramètre obsolète pour la minimisation de la diffusivité thermique comme cela est montré sur la figure 2.17. Elles ne seront donc également pas prises en compte dans le modèle d'estimation. Le système 2.18 devient :

$$\begin{pmatrix} \theta_e \\ Q \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \theta_s \\ 0 \end{pmatrix} \quad (2.19)$$

La résolution du modèle est donc largement simplifiée puisque, avec ces hypothèses, les températures intérieures et extérieures  $\theta_{int}$  et  $\theta_{ext}$  s'expriment par :

$$\theta_{int} = \frac{Q}{C} \quad (2.20)$$

$$\theta_{ext} = Q \frac{A}{C} \quad (2.21)$$

Ces solutions seront transposées dans l'espace temporel via l'algorithme d'inversion de Stehfest.

De plus, en considérant l'hypothèse simplificatrice vérifiée grâce à l'inégalité de Salazar, une deuxième méthode d'estimation fondée sur les solutions analytiques de Fourier plan peut être appliquée. Les thermogrammes faces avant et arrière sont décrits par les équations 2.22 et 2.22 :

$$T(0, t) = \frac{Q}{\rho C_p e} \left[ 1 + 2 \sum_{n=0}^{\infty} \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2}{e^2} at\right) \right] \quad (2.22)$$

$$T(e, t) = \frac{Q}{\rho C_p e} \left[ 1 + 2 \sum_{n=0}^{\infty} (-1)^n \exp\left(\frac{-n^2 \pi^2}{e^2} at\right) \right] \quad (2.23)$$

### Vérification de l'hypothèse de transfert 1D

Pour vérifier l'hypothèse de transfert unidirectionnel, il convient de vérifier que l'estimation des propriétés thermique par les modèles simplifiés permet bien d'obtenir des valeurs constantes quelque soit la position angulaire du miroir interne. En d'autres termes, si l'excitation initiale est équitablement répartie tout autour des échantillons tubulaires, le transfert thermique sera considéré comme unidirectionnel dans le sens de l'épaisseur. Une campagne d'estimation a donc été menée faisant varier uniquement la position angulaire du miroir interne de 0 à 360 °.

Ces mesures ont été effectuées sur un tube de caoutchouc, considéré comme étant un matériau homogène isolant. Le thermogramme face arrière seulement est étudié. La figure 2.20 restitue l'écart entre l'estimation de la diffusivité thermique et sa valeur moyenne en fonction de la position angulaire du miroir en coordonnées polaires.

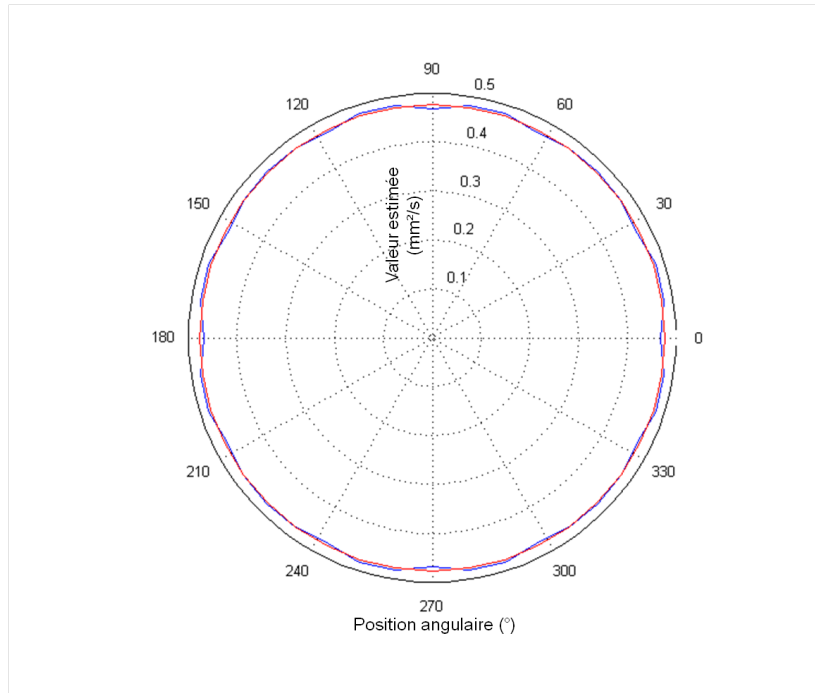


FIGURE 2.20 – Estimation de la variation de la diffusivité thermique d'un tube de caoutchouc (bleu) par rapport à sa valeur moyenne (rouge) en fonction de la position angulaire du miroir interne

La même opération est réalisée sur un tube de SiC fritté, considéré comme étant un matériau homogène fortement conducteur. La figure 2.21 restitue l'écart entre l'estimation de la diffusivité thermique et sa valeur moyenne en fonction de la position angulaire du miroir en coordonnées polaires.

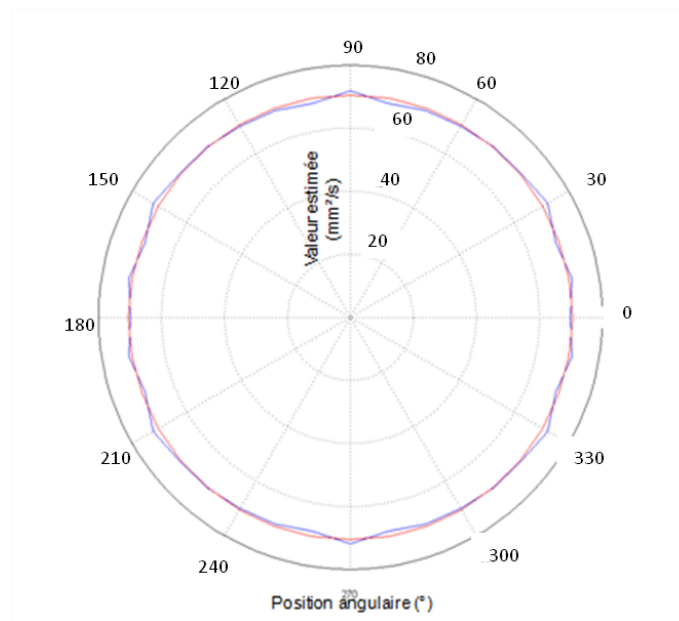


FIGURE 2.21 – Estimation de la variation de la diffusivité thermique d'un tube de SiC fritté (bleu) par rapport à sa valeur moyenne (rouge) en fonction de la position angulaire du miroir interne

L'évolution de la propriété estimée en fonction de la position angulaire du miroir in-

terne est quasi-constante, avec une erreur moyenne de 1% pour l'échantillon isolant et une erreur moyenne de 1,3% pour l'échantillon conducteur. Ces erreurs moyennes sont représentées en pointillées sur les graphes d'erreur sur l'estimation en fonction de la position angulaire (figures 2.22 et 2.23).

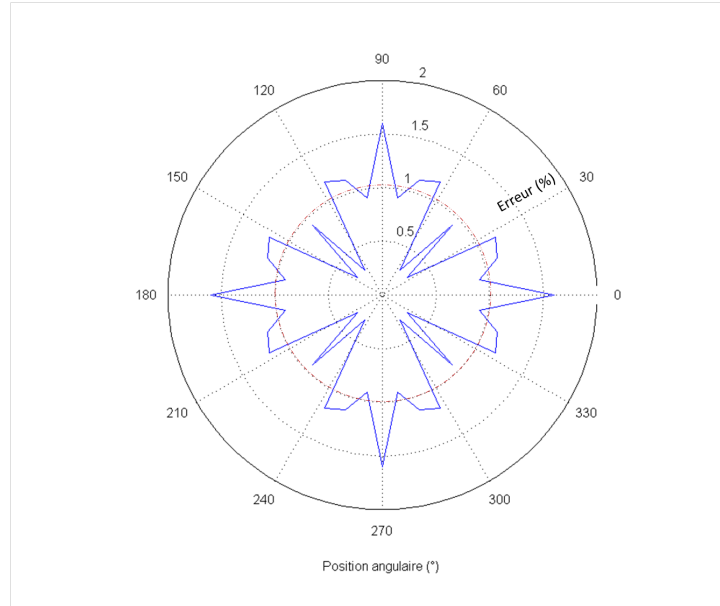


FIGURE 2.22 – Erreurs sur l'estimation par rapport à la position angulaire pour un tube de caoutchouc

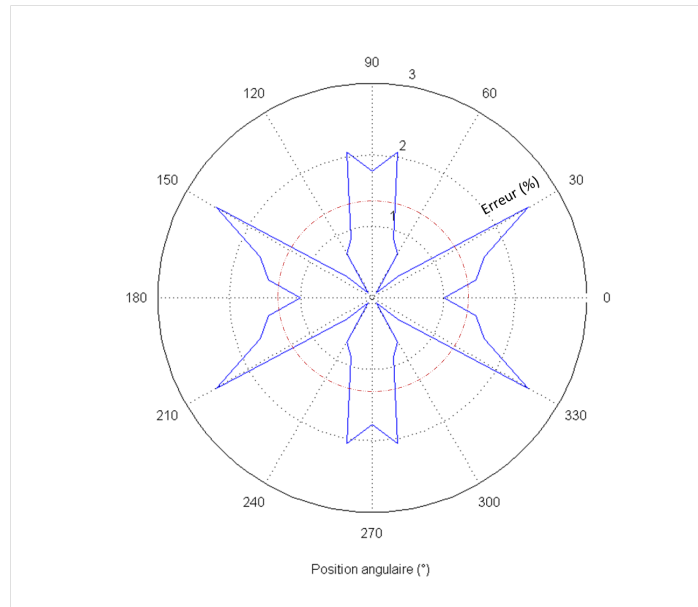


FIGURE 2.23 – Erreurs sur l'estimation par rapport à la position angulaire pour un tube SiC fritté

Quelque soit la position du miroir interne, l'estimation reste inchangée. L'excitation peut donc être considérée comme homogène sur toute la circonférence du tube, et le

transfert thermique considéré comme unidirectionnel.

### Impact de la précision de la caméra infrarouge

La construction du thermogramme théorique en face avant (et face arrière) consiste en l'inversion temporelle de l'équation quadripolaire depuis l'espace de Laplace grâce à l'algorithme de Stehfest. La minimisation au sens des moindres carrés sur l'inconnue  $a$  est effectuée lors de cette inversion numérique. Lorsque la minimisation est réalisée sur un signal théorique très propre (non bruité), la méthode est très précise pour retrouver la valeur de diffusivité considérée (l'erreur commise est ici inférieure à 0.01%). Pour vérifier la pertinence de l'estimation de la diffusivité thermique sur un signal réel, du bruit numérique est à présent volontairement ajouté, correspondant à la reproduction de l'erreur induite par la précision de la caméra infrarouge égale à 2%. La figure 2.24 représente le résultat de la minimisation au sens des moindres carrés réalisée sur un thermogramme en flash face avant bruité à 2%, considérant toujours le tube "test" de SiC monolithique.

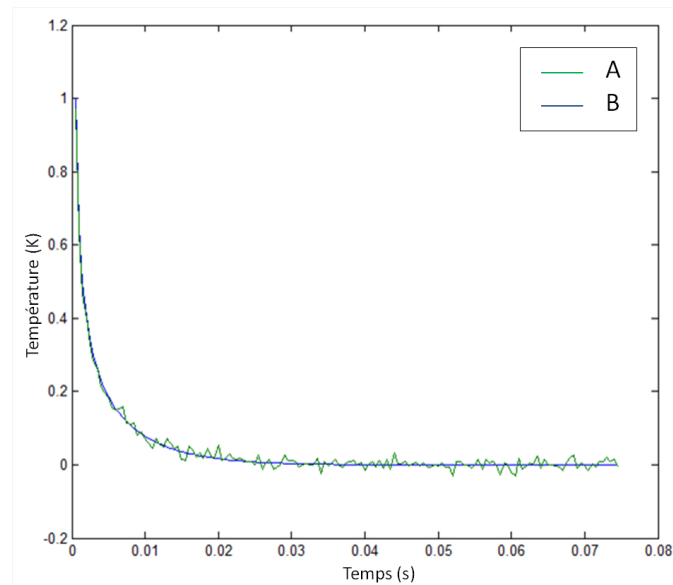


FIGURE 2.24 – Résultat de la minimisation (B) d'un signal théorique bruité (A) en face avant sur un échantillon tubulaire de SiC monolithique

De manière à étudier l'impact de la précision de la caméra IR sur l'estimation, des signaux numériques sont générés avec un bruit aléatoire dont la variance est de 2%. Lors de l'utilisation de 15 signaux successifs, l'erreur moyenne générée est inférieure à 0.5%. Lorsque le nombre de signaux d'étude est porté à 1000, l'erreur sur l'estimation chute à 0.05%. De ce fait, plus le nombre de signaux traité est grand, plus l'erreur induite par la précision de la caméra devient faible. Dès lors, le nombre de thermogrammes à acquérir pour l'estimation de la diffusivité thermique devra être assez grand pour pouvoir négliger l'impact de la précision de la caméra infrarouge.

## 2.5 Estimation de la diffusivité thermique sur tube

### 2.5.1 Méthode d'estimation

#### Etude du couplage des signaux

Les solutions analytiques au problème thermique après un flash en face avant et en face arrière sur un matériau homogène plan avec un transfert adiabatique en face arrière sont exprimées par les équations 2.22 et 2.23. Une nouvelle méthode d'estimation utilisant la combinaison des deux signaux est proposée, utilisant leur somme et leur différence, respectivement selon les équations 2.24 et 2.25.

$$T(0, t) + T(e, t) = \frac{2Q}{\rho C_p e} \left[ 1 + 2 \sum_{n=1}^{\infty} \exp\left(\frac{-4n^2 \pi^2}{e^2} at\right) \right] \quad (2.24)$$

$$T(0, t) - T(e, t) = \frac{4Q}{\rho C_p e} \sum_{n=0}^{\infty} \exp\left(\frac{-(2n+1)^2 \pi^2}{e^2} at\right) \quad (2.25)$$

Or, l'observation de ces deux relations met en évidence que :

- La somme des signaux (équation 2.24) est une équation dont la forme s'apparente à celle d'une réponse à un flash en face avant sur un échantillon d'épaisseur  $\frac{e}{2}$  et de face arrière adiabatique en  $\frac{2Q}{\rho C_p e}$  ;
- La différence des signaux (équation 2.25) s'apparente elle à une réponse à un flash en face avant sur un échantillon d'épaisseur  $\frac{e}{2}$  avec sa face arrière à température nulle. Ces résultats se retrouvent graphiquement, comme nous l'illustrons sur la figure 2.25.

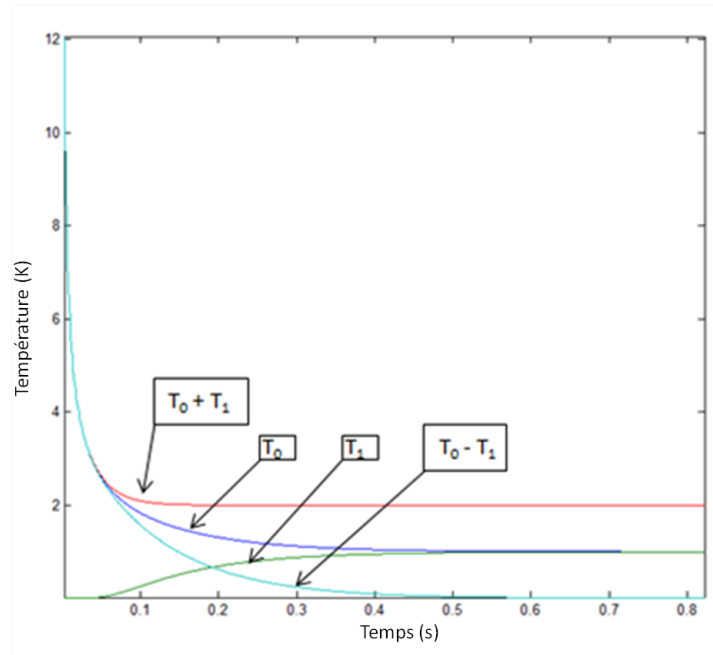


FIGURE 2.25 – Somme (rouge) et différence (cyan) des thermogrammes théoriques des signaux face avant (bleu) et face arrière (vert) après un flash de type "Dirac"

L'intérêt immédiat de travailler avec ces signaux porte sur une amélioration de la précision de mesure. L'estimation de la diffusivité thermique d'un échantillon pourrait être en effet réalisée à partir de quatre signaux obtenus en réalisant seulement deux expériences.

Le développement limité de la solution analytique 2.25 permet de montrer que le premier terme de la série est prépondérant sur tous les autres :

$$T(0, t) - T(e, t) = \frac{4Q}{\rho C_p e} \left[ \exp\left(\frac{-\pi^2}{e^2} at\right) + O(t^3) \right] \quad (2.26)$$

Ce signal est en décroissance exponentielle pure. En d'autres termes, son logarithme est linéaire décroissant :

$$\ln(T(0, t) - T(e, t)) = \ln\left(\frac{4Q}{\rho C_p e}\right) - a \frac{\pi^2}{e^2} t \quad (2.27)$$

La traduction graphique de l'équation 2.27 confrontée au logarithme de la solution exacte est représenté sur la figure 2.26.

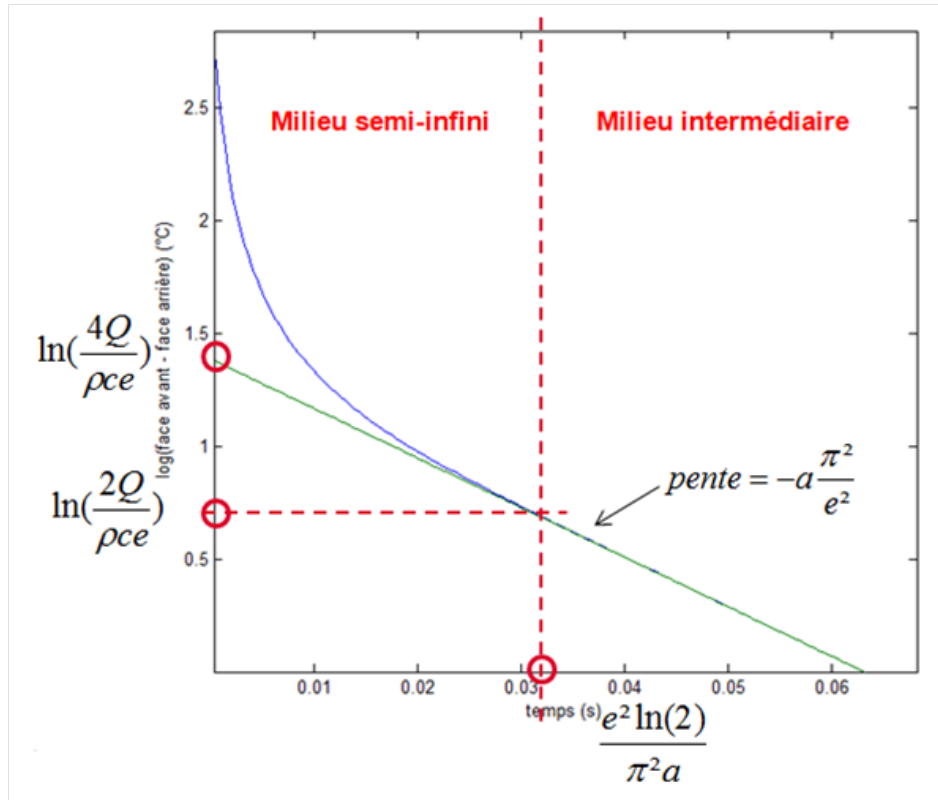


FIGURE 2.26 – Estimation de la diffusivité par la différence des signaux "face avant" moins "face arrière"

Les avantages de cette nouvelle méthode proposée sont multiples :

- Pour un même nombre d'informations d'entrée initial, elle permet de multiplier le nombre d'informations en sortie. La qualité et la précision de l'estimation en seront donc accrue ;
- Elle revient analytiquement à étudier un échantillon d'épaisseur  $\frac{e}{2}$  et est donc particulièrement adaptée pour caractériser des matériaux bicouches. Elle tendra ainsi à "homogénéiser" le transfert de chaleur au sein de milieux hétérogènes comme le sont les composites ;
- La sensibilité réduite au paramètre diffusivité thermique est accrue sur des temps plus longs. Celle-ci pourra donc être estimée sur une plage temporelle plus étendue, comme cela est illustré sur la figure 2.27). L'étude sur les temps intermédiaires est donc bien légitime.

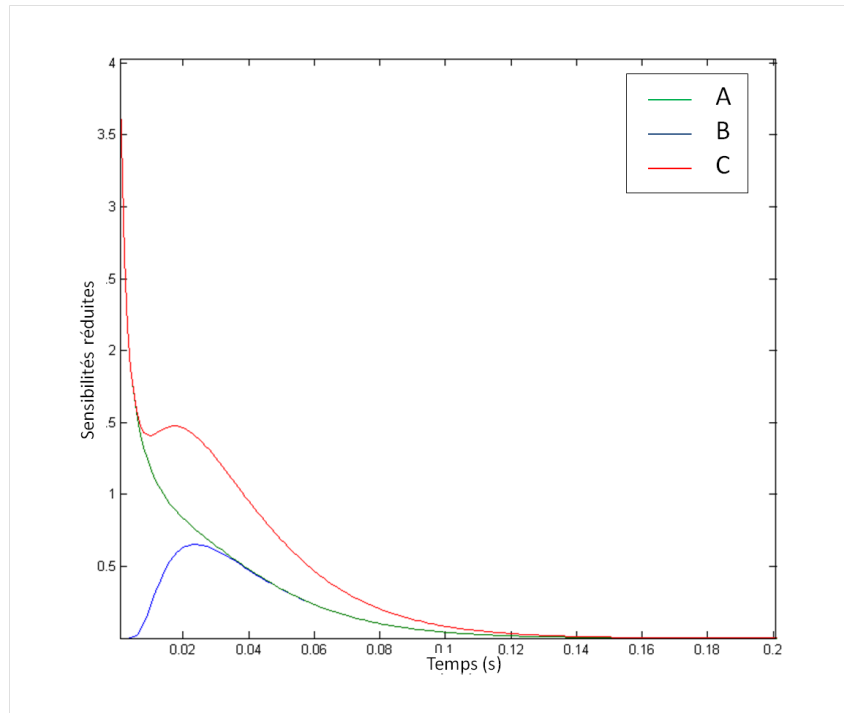


FIGURE 2.27 – Sensibilité des signaux face avant seule (A), face arrière (B) et différence de la face avant et arrière (C) à la diffusivité thermique

Une étude numérique sur la dispersion des diffusivités estimées est à présent menée, utilisant les différents modèles présentés précédemment. Cette étude, qui s'appuie sur le calcul de l'écart-type entre la valeur cible et les valeurs estimées sur un nombre  $N$  de thermogrammes (simulés avec un bruit numérique correspondant à la précision de la caméra), a pour objectif de comparer les sensibilités des différents modèles à notre disposition. Les résultats présentés sont ceux obtenus par minimisation des signaux générés avec les thermogrammes correspondant à la face avant, la face arrière, leur somme et leur différence, ainsi qu'à l'union de ces deux signaux (cette dernière correspondant à l'association des signaux pour une minimisation simultanée d'une seule diffusivité thermique). Les résultats obtenus pour un nombre d'expérience  $N$  allant de 5 à 400 sont présentés sur la figure 2.28.

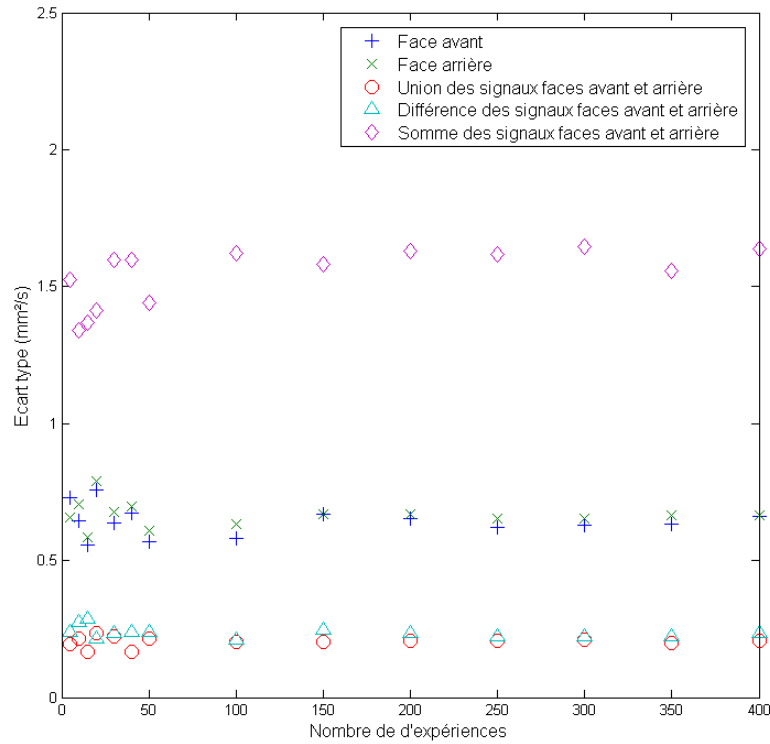


FIGURE 2.28 – Ecart-type des résultats sur l'estimation de la diffusivité thermique pour les signaux face avant, face arrière, pour leur somme et leur différence ainsi que pour leur union

Premièrement, la figure 2.28 permet d'observer qu'il n'y a pas d'amélioration tangible sur la précision de la mesure lorsque le nombre d'expérience augmente. Pour la suite de l'étude, nous nous limiterons à 15 signaux pour l'estimation des diffusivités thermiques. La précision obtenue par estimation simultanée de la diffusivité thermique avec l'union des signaux face avant et face arrière est meilleure que celle obtenue par analyse des signaux faces avant et arrière pris séparément. De plus, la précision obtenue avec la différence de ces signaux montre des performances similaires à celles de l'estimation simultanée. Enfin, l'estimation par la somme des signaux est bien moins précise que celles obtenues avec les autres méthodes.

Au final, la dispersion des résultats obtenus par minimisation avec la différence des signaux est similaire à celle obtenue par l'union de ceux-ci et meilleure que celle obtenue avec les autres modèles. L'utilisation de cette méthode est donc légitimée, en raison sa précision et sa praticité.

#### Validation sur échantillon tubulaire homogène

Un premier travail consiste à valider les méthodes de minimisation décrites précédemment. Pour ce faire, il a été proposé de mener les expériences sur un échantillon dont les propriétés sont proches de celles des composites de l'étude, à savoir des échantillons tubulaires en carbure de silicium monolithique. La minimisation des thermogrammes expérimentaux obtenus après une excitation flash est réalisée au sens des moindres carrés. La fréquence d'acquisition de la caméra est ici fixée à la valeur maximale de 2500 Hz.



Les propriétés de l'échantillon référence en *SiC* sont résumées dans le tableau 2.3.

TABLE 2.3 – Propriétés de l'échantillon tubulaire de SiC de référence

Masse volumique $kg.m^{-3}$	Capacité thermique $J.K^{-1}$	Conductivité thermique $W.m^{-1}.K^{-1}$	diffusivité déduite $mm^2.s^{-1}$	Rayon intérieur $mm$	Rayon extérieur $mm$	Epaisseur calculée $mm$	Longueur de l'échantillon $mm$
3150	680	150	70	5.4	7.5	2.1	60

a) Minimisation des signaux face avant et face arrière : Un exemple de minimisation des thermogrammes expérimentaux face avant et face arrière par le modèle quadripolaire cylindrique complet, obtenus après une excitation flash sur un tube de SiC fritté sur notre banc d'essai est présenté sur la figure 2.29.

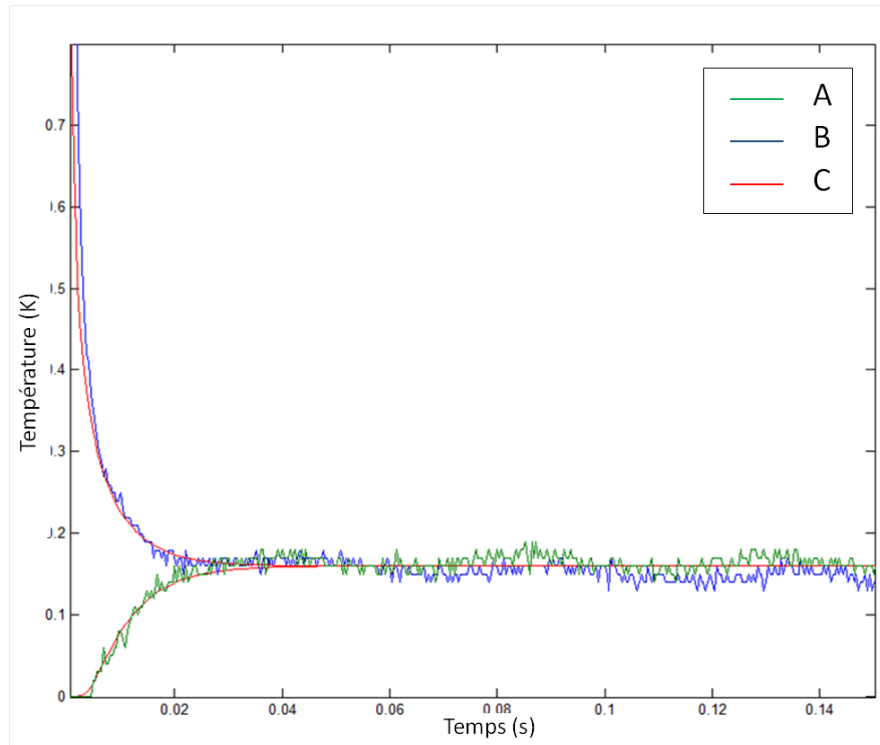


FIGURE 2.29 – Minimisation (C) d'un signal flash face avant (B) et face arrière (A) acquis sur tube de SiC monolithique à 2500 Hz – modèle quadripolaire complet

Les résultats des estimations sont obtenus au terme de 15 expériences. Les diffusivités thermiques estimées sont de  $69.23 \pm 0.71 \text{ mm}^2.s^{-1}$  en face avant, soit une erreur absolue de 1.1% et de  $70.27 \pm 0.66 \text{ mm}^2.s^{-1}$ , soit une erreur relative de 0.39 %. Ces résultats sont reportés en tableau 2.4.

b) Couplage des signaux faces avant et arrière : Les modèles mathématiques explicités en équations 2.24 et 2.25 sont utilisés pour simuler les thermogrammes théoriques d'échantillon de SiC monolithique. Le résultat de cette simulation est comparé aux signaux expérimentaux obtenus sur la figure 2.30.

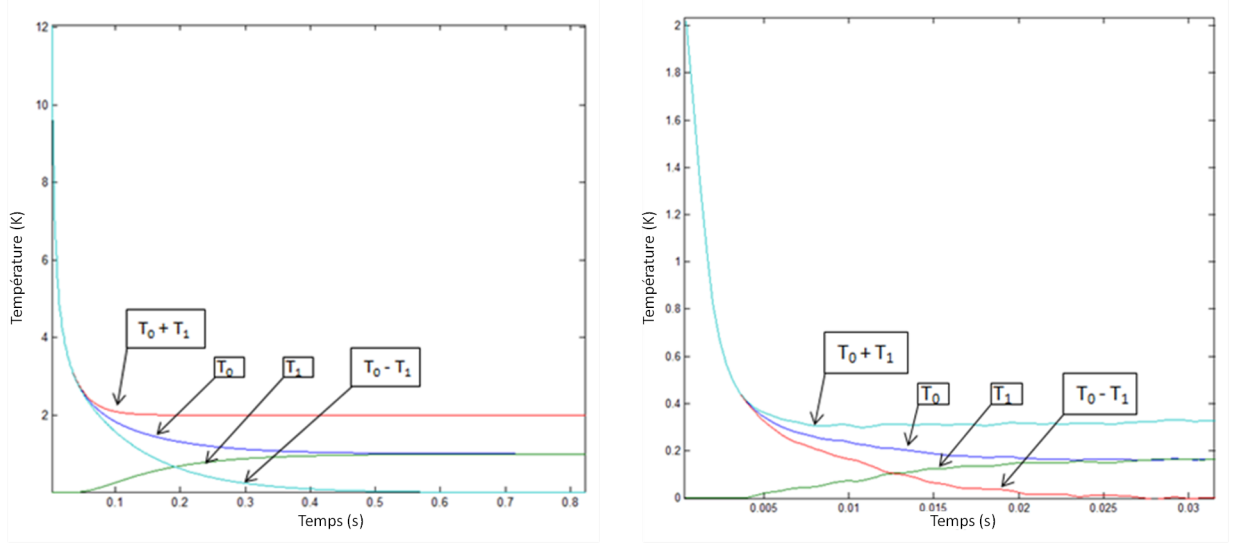


FIGURE 2.30 – Somme et différence des thermogrammes simulés (gauche) et expérimentaux (droite) d'expériences face avant et face arrière sur SiC monolithique

Les courbes expérimentales obtenues sur l'échantillon de SiC présentent le comportement attendu, en bon accord avec les courbes simulées. Le passage en coordonnées logarithme de la température nous permet d'estimer la diffusivité thermique par les deux méthodes décrites plus tôt (figure 2.31).

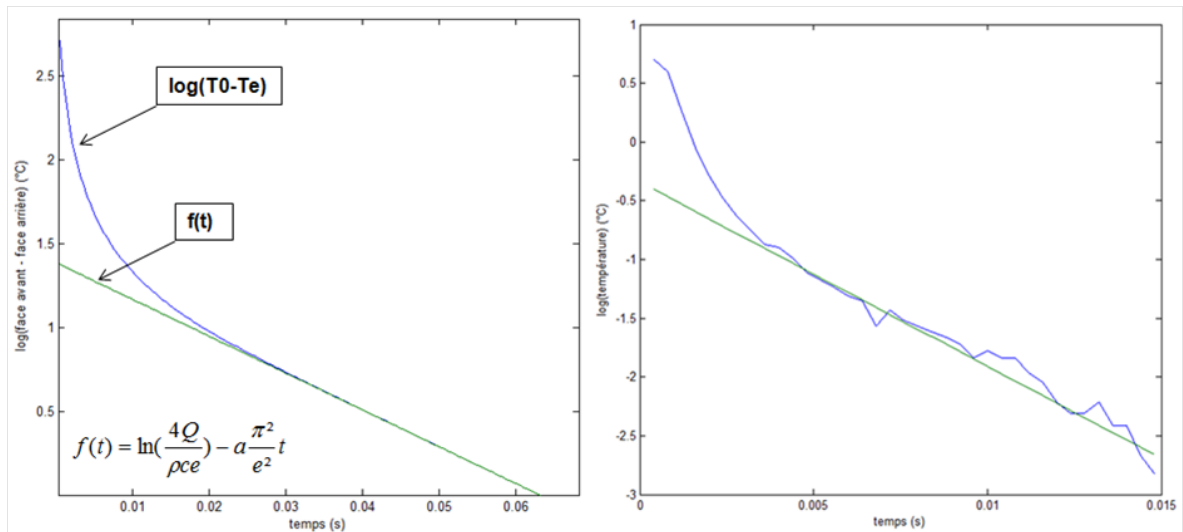


FIGURE 2.31 – Linéarisation du signal face avant moins face arrière (bleu) par la fonction  $f(t)$  (vert) théorique (gauche) et expérimental (droite)

Les résultats obtenus au terme de 15 expériences permettent d'estimer une diffusivité thermique par la différence des signaux de  $70.07 \pm 0.65 \text{ mm}^2.s^{-1}$ , soit une erreur absolue de 0.1%. Ce résultat est reporté en tableau 2.4 pour être comparé aux résultats obtenus avec les différents modèles à notre disposition.

TABLE 2.4 – Récapitulatif des estimations de la diffusivités thermiques sur 15 expériences

Modèle d'estimation	Diffusivité estimée ( $\text{mm}^2.s^{-1}$ )	Ecart-type ( $\text{mm}^2.s^{-1}$ )	Ecart relatif (%)
Donnée fournisseur	70	- (ref.)	- (ref.)
Modèle complet (cyl.)	70.34	0.46	0.49
Modèle axi. face arrière	70.27	0.66	0.39
Modèle axi. face avant	69.23	0.71	1.10
Modèle simplifié (diff.)	70.07	0.65	0.10
Modèle simplifié (somme)	71.34	0.97	1.91
Modèle asymptotique	69.84	0.38	0.23

Les résultats rassemblés dans le tableau 2.4 sont représentés graphiquement sur la figure 2.32.

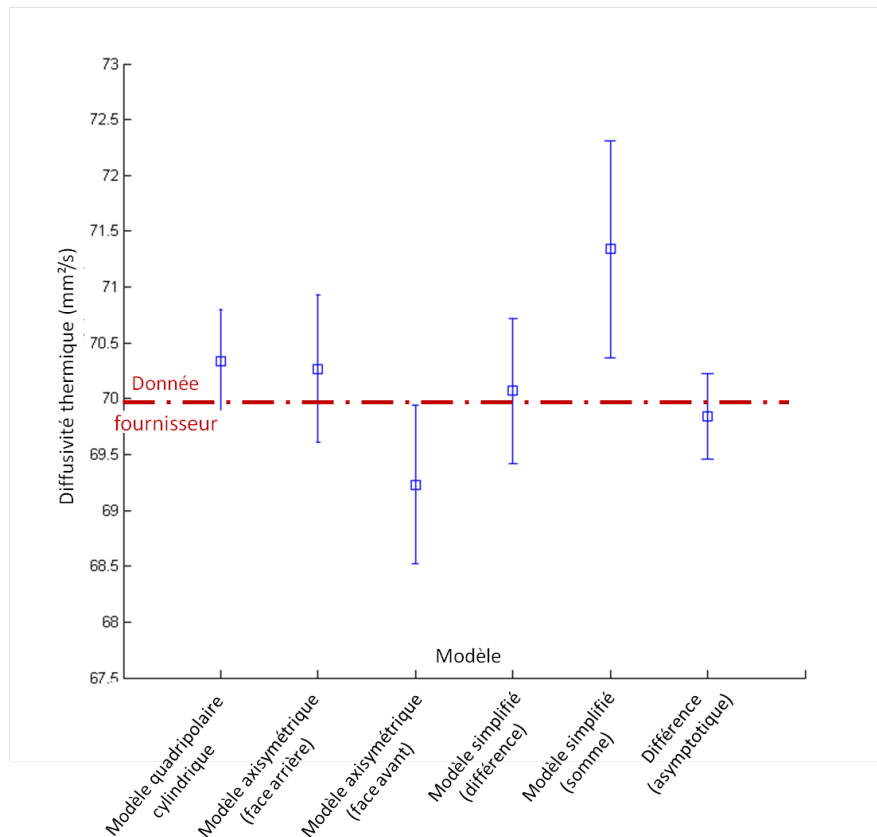


FIGURE 2.32 – Récapitulatif des estimations de la diffusivités thermiques sur 15 expériences pour chaque modèle théorique

Ces résultats corroborent ceux obtenus et reportés à la figure 2.28, puisque la diffusivité thermique estimée à partir de 15 thermogrammes expérimentaux est plus précise lors de l'utilisation de la différence des signaux qu'avec les autres modèles. De plus, l'erreur générée par l'utilisation du développement asymptotique de la différence génère une erreur acceptable, avec une diffusivité estimée possédant un écart de 0.23% avec la valeur cible, soit une diffusivité thermique estimée à  $69.84 \text{ mm}^2.s^{-1}$ . La diffusivité thermique estimée avec une faible erreur étant cohérente avec la valeur indiquée par le fournisseur ( $70 \text{ mm}^2.s^{-1}$ ), nous pouvons considérer la méthode asymptotique comme validée pour un échantillon tubulaire homogène de cette nature.

### 2.5.2 Résultats sur tubes réels

Les méthodes à présent validées sur échantillon monolithique ont été expérimentées pour estimer les diffusivités thermiques de trois tubes composites dont on dispose :

- un tube composite tressé 2D bicouche (référence T2D-2C-62(4), élaboration 2012) ;
- un tube composite enroulé monocouche (référence EF-55-1C(1), élaboration 2012) ;
- un tube composite tressé 2D bicouche (référence T2D-3C-62(5), élaboration 2014).

Les conductivités thermiques ont pu être déduites des mesures de diffusivités thermiques estimées, considérant une capacité thermique de  $680 \text{ J.kg}^{-1}.K^{-1}$  [LN13]. Celles-ci, moyennées sur 15 mesures expérimentales, sont reportées en tableau 2.5.

TABLE 2.5 – Propriétés thermiques estimées sur les couches tubulaires de composites constitutives de la gaine sandwich

Echantillon d'étude	Densité (SU)	Diffusivité thermique ( $\text{mm}^2.s^{-1}$ )			Conductivité $\text{W.m}^{-1}.K^{-1}$
		Face avant	Face arrière	Couplage	
T2D-2C-62(4)	2.67	$11.4 \pm 1.7$	$9.37 \pm 0.5$	$10.24 \pm 0.4$	$18.60 \pm 0.7$
EF-55-1C(1)	2.71	$7.56 \pm 0.5$	$6.74 \pm 0.4$	$7.04 \pm 0.2$	$14.31 \pm 0.4$
T2D-3C-62(5)	2.83	$14.84 \pm 2.06$	$16.2 \pm 1.5$	$15.09 \pm 1.03$	$29.23 \pm 1.9$

La conductivité thermique doit être d'au moins  $10 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$  à  $1000^\circ\text{C}$  et sous irradiation. Sachant qu'elle sera amenée à baisser sous ces deux contraintes, les résultats obtenus laissent donc de la marge par rapport au cahier des charges. Ensuite, les deux tubes de composites tressés 2D présentent des propriétés différentes selon le lot. En effet, la structure T2D-3C-62(4) possède une conductivité thermique 50% plus forte que la T2D-2C-62(5), la première ayant été élaborée en 2012 et l'autre en 2014. Cette hausse de propriété est attribuée à l'amélioration du processus de fabrication, ayant donné lieu à des matériaux plus denses.

## 2.6 Applications

### 2.6.1 Etude de l'influence de l'endommagement mécanique

Lors de la manutention des aiguilles de combustible ou lors de rampes de puissance en coeur des réacteurs nucléaires, des contraintes mécaniques peuvent engendrer de la fissuration au sein des CMC. L'apparition de ces fissurations peut affecter les propriétés thermiques puisqu'elles agissent comme des barrières au transfert de chaleur. De fait, l'impact de ces fissurations sur les propriétés thermiques du matériau de gainage doit être évalué.

#### Présentation du banc d'expérience

Le banc de mesure, parfaitement amovible, est adapté à une machine de traction pour permettre la mesure de diffusivité thermique sur des échantillons tubulaires sollicités mécaniquement (cf. références [Roh13] [LSC<sup>+</sup>12]). Ce nouveau montage reprend les mêmes caractéristiques que celui présenté à la figure 2.11, à quelques différences près :

- seules deux lampes flash (au lieu de quatre) sont disposées autour de l'échantillon (figure 2.33) ;
- ce montage permet en l'état de réaliser uniquement des mesures de type flash en face avant.

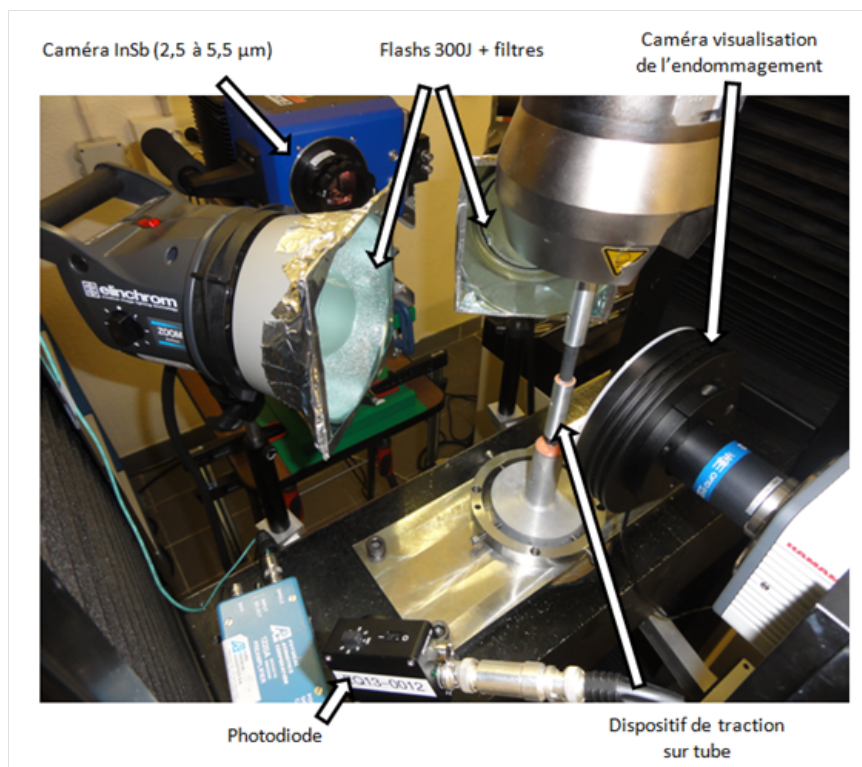


FIGURE 2.33 – Montage flash adapté sur une machine de traction

Cette nouvelle configuration expérimentale permet de mener des essais de traction cyclée sur des échantillons tubulaires jusqu'à rupture et de réaliser des expériences flash simultanément à chaque point singulier de la courbe de comportement [LSC<sup>+</sup>12]. La

corrélation d'images est utilisée pour suivre les déformations en cours d'essais, selon la procédure décrite par E.Rohmer [Roh13]. Un des intérêts du couplage des expériences flash à un dispositif de traction comme ici est de n'utiliser qu'un seul et même échantillon pour obtenir à la fois son comportement mécanique et ses propriétés thermiques.

### Stratégie d'étude

Pour différentes raisons d'ordre expérimental (espace restreint et caractère très diffusif de nos matériaux), plusieurs convenances ont été prises pour réaliser les essais.

- Nombre de flashes : L'influence du nombre de lampes flashes a été vérifiée. L'utilisation de 4 flashes autour du tube permet d'homogénéiser la densité d'énergie sur celui-ci. Il est donc important de vérifier que le fait d'enlever 2 flashes ne biaise pas la mesure de la diffusivité thermique. Pour cela, une série d'expériences a été effectuée avec 4 flashes répartis uniformément autour de notre tube en SiC monolithique et avec 2 flashes disposés d'un seul côté. L'écart absolu entre la diffusivité thermique estimée avec 4 flashes et celle estimée avec 2 flashes avec le modèle quadripolaire cylindrique est de l'ordre de 3%. L'influence du nombre de flashes est donc bien réelle. Toutefois, l'écart étant cependant relativement modéré, il est décidé pour des raisons d'encombrement de travailler avec seulement deux lampes pour cette première série de mesures ;
- Mors de serrage métalliques : le serrage des éprouvettes par les mors s'effectue par l'intermédiaire de talons métalliques pouvant induire un effet "pompe de chaleur" qui influencerait la mesure. Cet effet est ici écarté par la présence d'une épaisseur de colle isolante (utilisée pour solidariser les talons à l'éprouvette) conséquente.
- Fréquence d'acquisition et rayon de courbure : L'acquisition des profils thermiques par la caméra à sa fréquence maximale (2500 Hz) est possible lorsque l'on réduit la taille des images (figure 2.34). La fenêtre réduite en pixels est donc utilisée. Par ailleurs, afin de minimiser l'impact du rayon de courbure sur la mesure, la caméra IR est disposée sur le côté. De ce fait, l'image traitée par la caméra est orientée dans le sens longitudinal et l'influence de la courbure du tube peut être négligée.

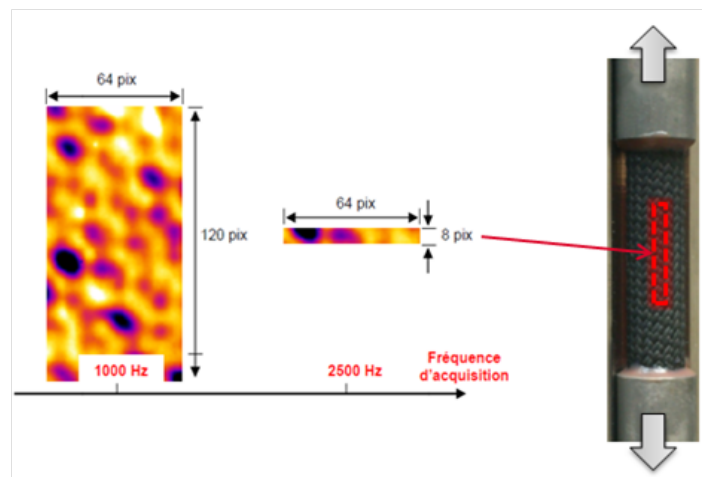


FIGURE 2.34 – Impact de la fréquence d'acquisition sur la taille de l'image

### Résultats sur tube composite

A chaque palier de chargement, une expérience flash est réalisée. La diffusivité thermique est estimée par minimisation du thermogramme face avant avec le modèle axisymétrique face avant détaillé en section 2.4.3. Les résultats obtenus sont reportés sur la figure 2.35, et corrélient les mesures de diffusivité réalisées avec la courbe de comportement mécanique en traction uniaxiale sur un échantillon tubulaire composite  $SiC_f/SiC$  tressé interlock (référence T3D-TeX3-JE3-T1). Les valeurs correspondent à la déformation subie par le composite, le sens des flèches indique le déroulement de l'essai

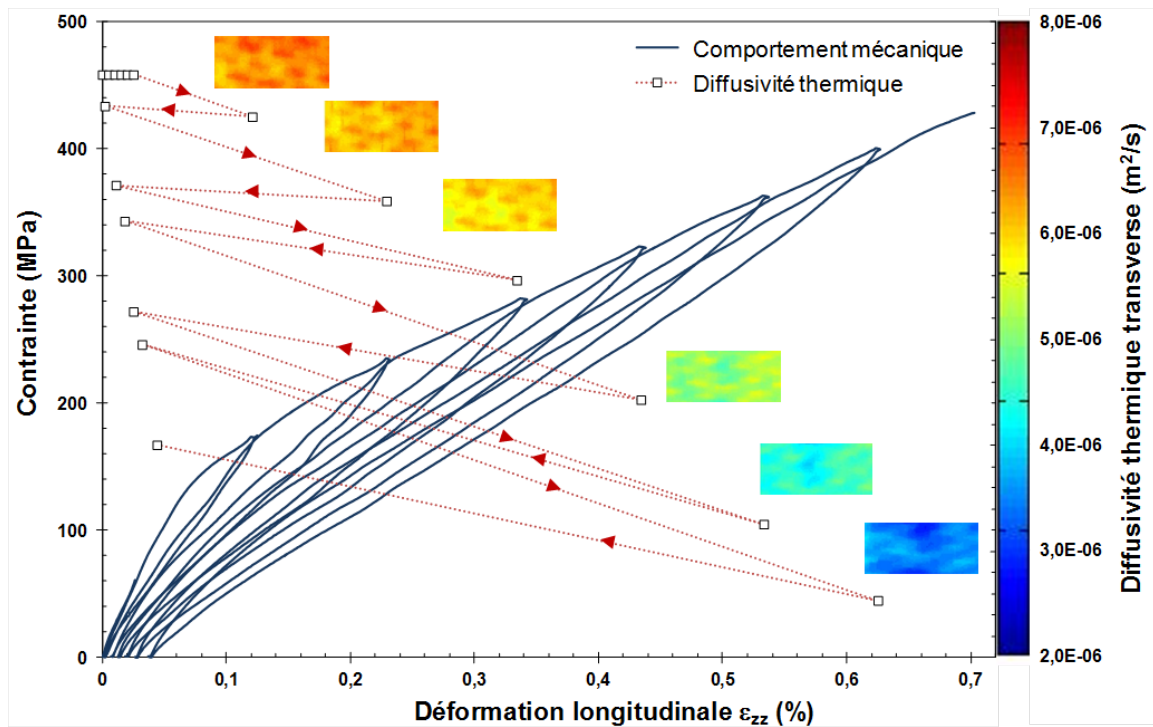


FIGURE 2.35 – Evolution de la diffusivité thermique radiale moyenne d'un composite  $SiC_f/SiC$  tubulaire au cours d'un essai de traction uniaxiale cyclée

La figure 2.35 montre l'effet de l'endommagement mécanique sur la diffusivité thermique transverse. Ici, l'éprouvette s'est rompue à un niveau de déformation de l'ordre de 0.7%. La diffusivité évolue en fonction de l'endommagement subit. Lors de l'essai de traction cyclée, plusieurs domaines caractéristiques apparaissent :

- le domaine dit "élastique" au cours duquel il n'y a pas de fissuration au sein du matériau. Ce domaine est caractérisé par un "plateau", au cours duquel la diffusivité thermique reste constante ;
- le domaine dit "d'endommagement", au cours duquel les fissures apparaissent et ne se referment plus. Il y a apparition de déformations résiduelles. D'un point de vue thermique, ces fissures opèrent comme des barrières au transfert de chaleur au sein du matériau. Il est ainsi constaté une diminution irréversible des valeurs de diffusivité avec l'endommagement du matériau. On note ainsi que la diffusivité thermique ne revient pas à sa valeur initiale après chaque cycle d'hystérésis. La diminution atteint jusqu'à 70% de la valeur initiale pour les niveaux de déformation proches de la rupture.

### 2.6.2 Etude en conditions représentatives des réacteurs à eau (REP)

Une campagne de mesure en conditions de fonctionnement représentatives (hors irradiation) a été menée pour évaluer l'impact du vieillissement sur les propriétés thermiques d'échantillon composite. Lors d'une étude menée en collaboration avec EDF et AREVA, l'impact de ce vieillissement a pu être évalué jusqu'à une durée de 110 jours à 360 °C et 200 bars dans une eau de chimie REP. Les résultats de cette étude montrent qu'il n'y a pas d'influence significative de l'exposition en boucle représentative. En effet, aucune perte de propriétés thermiques significative n'a été observée sur la structure composite, ce qui laisse donc présager à ce stade que les gaines sandwich  $SiC_f/SiC$  sont légitimes d'un point de vue thermique pour être envisagées comme gaine ATF au sein des réacteurs de générations II et III. Cependant, il convient d'étudier l'évolution de leurs propriétés au terme d'une exposition prolongée en fonctionnement nominal hors irradiation (200 bars, 360 °C, caloporteur eau). Ainsi, les propriétés thermiques d'un tube de tressage 2D sont estimées avant et après exposition. Ce tube est testé sur notre banc de mesures à l'instant initial, après 30, 80 puis 110 jours (les mesures étant limitées par la date de fin de thèse) (cf. tableau 2.6). La densité de l'échantillon mesurée est de  $2823 \text{ kg.m}^{-3}$  avec une capacité thermique de  $680 \text{ J.kg}^{-1}.K^{-1}$ .

TABLE 2.6 – Diffusivités et conductivités thermiques d'un tube de tressage composite 2D avant et après exposition représentative en boucle REP

Temps d'exposition (jours)	0	30	80	110
Diffusivité ( $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ )	$15.09 \pm 1.03$	$14.84 \pm 0.74$	$14.92 \pm 1.02$	$14.77 \pm 0.26$
Conductivité ( $\text{W.m}^{-1}.\text{s}^{-1}$ )	$28.97 \pm 1.98$	$28.50 \pm 1.42$	$28.64 \pm 2.07$	$28.35 \pm 0.50$

Les conductivités thermiques sont reportées graphiquement figure 2.36.

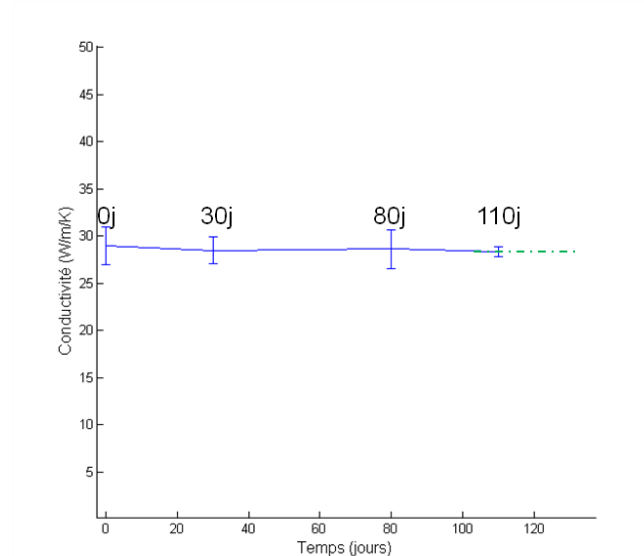


FIGURE 2.36 – Evolution de la conductivité thermique d'un échantillon de composite  $SiC_f/SiC$  tressé 2D tubulaire avant et après exposition

En 110 jours d'exposition, la conductivité thermique de l'échantillon tubulaire en composite tressé 2D ne varie pas. Les conditions représentatives en boucle REP n'ont pas



d'impact sur la propriété thermique à ce terme. Comme il n'y a pas d'effet, et que la thèse est finie, la campagne de mesure est arrêtée à 110 jours d'un point de vue thermique. Elle est cependant poursuivie jusqu'à 500 jours pour d'autres validations (suivie massique, comportement à l'érosion, etc).

## 2.7 Mesures sur gaine sandwich

L'estimation de la diffusivité thermique radiale de la gaine "sandwich" intégrale en vue d'obtenir la conductivité thermique effective n'est pas triviale. En effet, comme cela a été décrit dans la première partie, la gaine sandwich est composée de trois couches associées : un tube de CMC tressé 2D, une couche de Tantale ainsi qu'une couche CMC d'enroulement filamentaire.

### 2.7.1 Comparaison des thermogrammes faces avant et arrière

Les modèles quadripolaires sont adaptés à la description de matériaux multicouches, puisque chaque couche de celui-ci peut être modélisée par sa propre matrice quadripolaire. Les thermogrammes obtenus avec le banc d'expérience présenté à la figure 2.11 sont confrontés avec ceux relatifs au matériau tricouche tubulaire référencé avec les résultats expérimentaux présentés en tableau 2.5 et ceux d'un matériau tubulaire homogène équivalent. Les figures 2.37 et 2.38 présentent ces résultats en configurations face avant et face arrière :

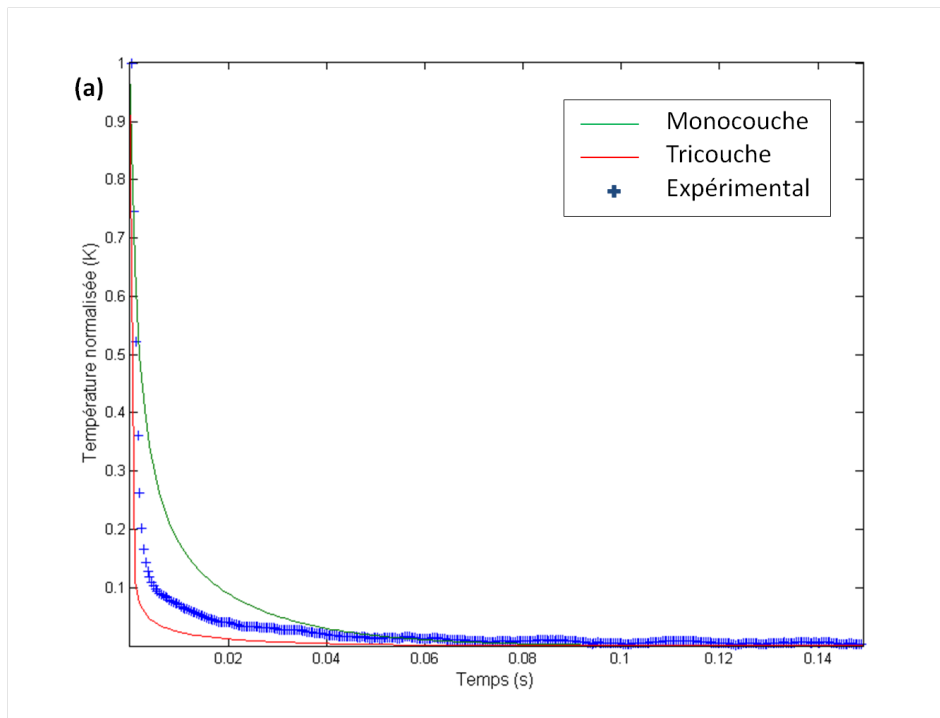


FIGURE 2.37 – Thermogrammes face avant expérimental sur gaine sandwich confronté aux thermogrammes simulés sur objets idéalisés

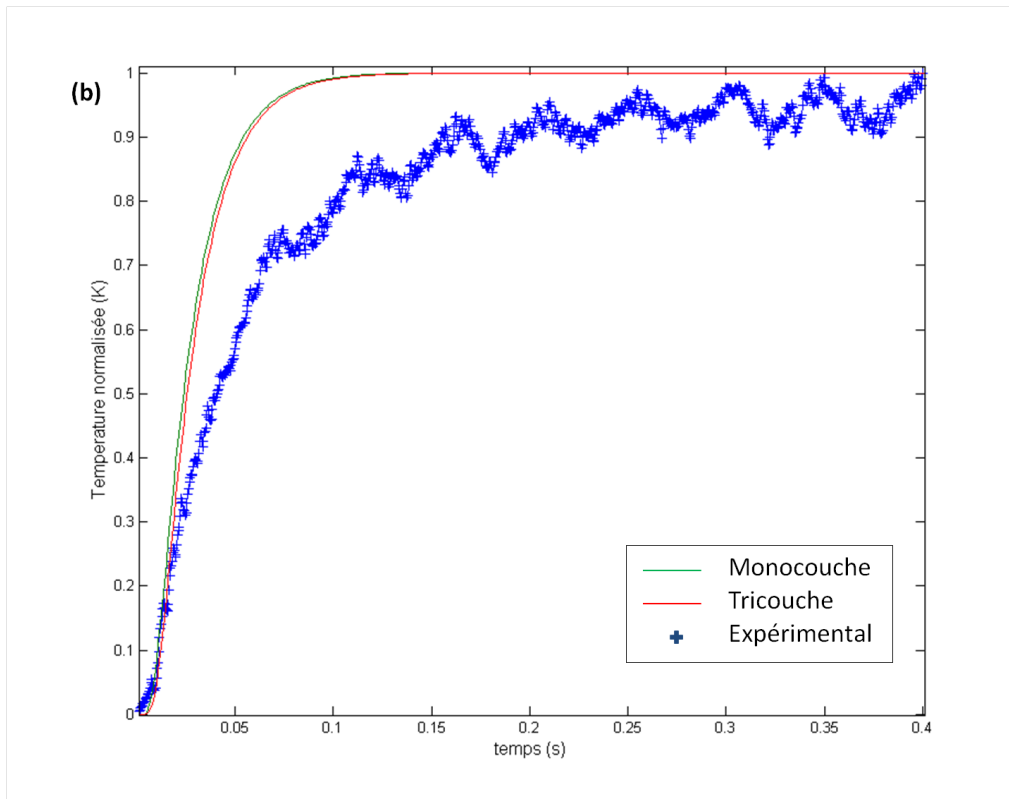


FIGURE 2.38 – Thermogrammes face arrière expérimental sur gaine sandwich confronté aux thermogrammes simulés sur objets idéalisés

Premièrement, les thermogrammes théoriques sont peu sensibles au nombre de couches traversées en face arrière, tant que celles-ci sont en contact parfait. En revanche, la réponse en face avant est très sensible au nombre de couches traversées, les thermogrammes relatifs au monocouche et au tricouche étant très éloignés l'un de l'autre. Ensuite, les thermogrammes expérimentaux sont très différents des modèles. L'évolution de la face arrière est caractéristique d'un milieu moins diffusif que celui décrit par les modèles. Ce phénomène pourrait notamment être du à la présence de délaminage et de porosités au sein de l'échantillon.

### 2.7.2 Etude logarithmique

L'étude logarithmique du signal face avant confrontée à la théorie met en exergue les différences entre modèle et réalité. En effet, comme le montre la figure 2.39, la pente relative au milieu semi-infini pour le matériau homogène est bien égale à  $-1/2$ . Celle relative au tricouche présente différentes étapes correspondant aux différentes couches traversées. Cependant, la courbe expérimentale semble inexploitable, tant son évolution est irrégulière. Ces nombreuses irrégularités traduisent elles aussi les différents défauts présents au sein de la structure.

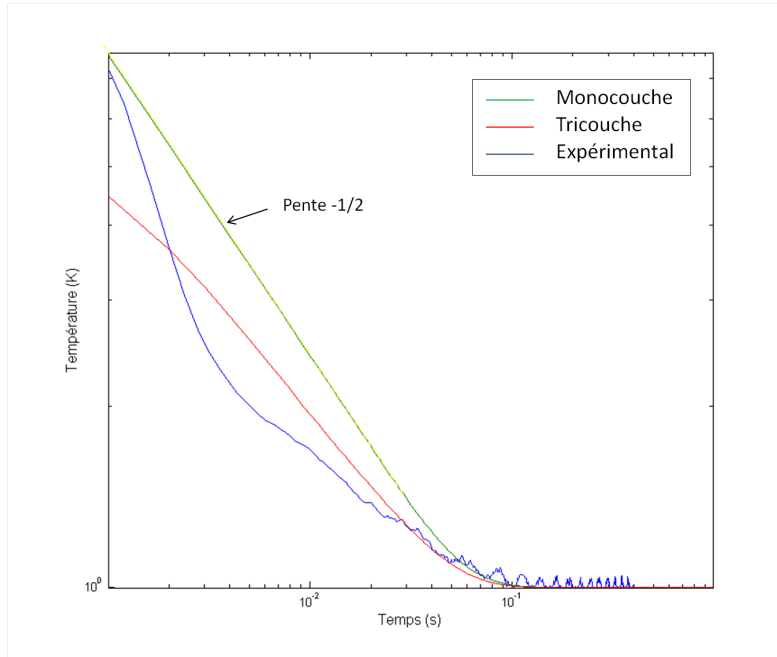


FIGURE 2.39 – Représentation logarithmique du signal face avant expérimental, obtenu avec un modèle quadripolaire monocouche et tricouche

Enfin, en utilisant le nouveau modèle développé dans l'équation 2.27 qui utilise la différence des signaux obtenus en face avant et face arrière, la représentation des valeurs expérimentales ne forme pas du tout la même pente que les différences théoriques (figure 2.40). Le modèle développé pour la description du transfert de chaleur au sein des différentes couches constitutives de la gaine sandwich n'est donc pas adapté à la description du comportement thermique de la gaine dans son ensemble.

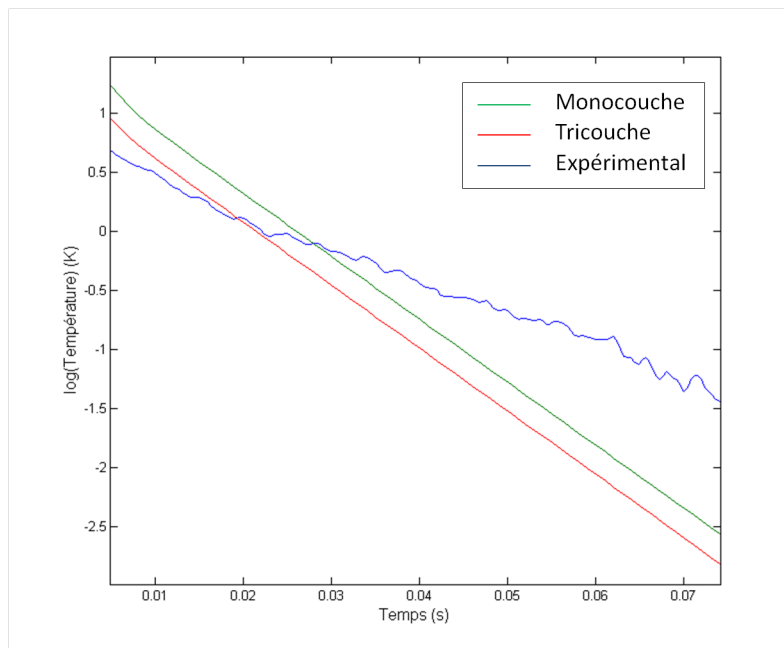


FIGURE 2.40 – Représentation logarithmique de la différence des signaux faces avant et arrière expérimental (bleu), obtenu avec un modèle quadripolaire monocouche (vert) et tricouche (rouge)

### 2.7.3 Bilan de l'étude

Les thermogrammes obtenus avec une méthode flash sur la gaine sandwich sont donc inexploitable en l'état, c'est à dire sans une connaissance in situ plus précise de la structure gaine dans son ensemble. Une reconstruction du matériau par tomographie X est par ailleurs impossible. Celle-ci est en effet inexploitable, le tantale est composé d'atomes lourds (numéro atomique : 73) et masque la visualisation de la gaine sandwich dans son ensemble (figure 2.41).



FIGURE 2.41 – Tomographies X de la gaine sandwich

La connaissance in situ du matériau rendue impossible par la présence du tantale, il est donc impossible d'estimer avec confiance et précision les propriétés thermiques de la structure gaine. En effet, les paramètres recherchés lors d'une minimisation au sens des moindres carrés des signaux expérimentaux par le formalisme des quadripôles appliqué à un tricoche (T2D/Tantale/EF) sont trop nombreux et trop dépendants de la nature et de la géométrie réelle de l'épaisseur traversée. Les résultats ne sont donc pas fiables. La microstructure complexe de la gaine nous oblige donc à trouver une autre méthode permettant de remonter jusqu'à des propriétés thermiques effectives. Différentes méthodes, comme une approche par métallographie ou par analyse statistique, permettraient une connaissance assez poussée du matériau pour décrire son comportement thermique. Face à ses nombreux avantages (visualisation sous tous les angles et à différents pas de temps, facilité à changer les paramètres d'entrée, etc.), le choix d'une reconstruction numérique du matériau par approche « virtuelle » portée par des observations microscopiques réelles est ici proposé.



## Chapitre 3

# Estimation des propriétés thermiques des constituants élémentaires de la gaine sandwich

Les modèles et méthodes développés précédemment permettent d'accéder aux propriétés thermiques d'échantillons composites tubulaires (tressé 2D, enroulement filamentaire). Cependant, ils ne permettent pas de caractériser une structure multicouche aussi complexe que la gaine "sandwich" dont la microstructure a été décrite au chapitre 1.

Pour cela, une approche numérique de type "matériaux virtuels" est proposée. La démarche repose sur la reconstruction numérique de la gaine grâce à plusieurs changements d'échelles, en partant des constituants élémentaires que sont les fibres et la matrice. En sortie, il s'agit d'identifier un tenseur de conductivités thermiques effectives. Pour alimenter le code de calcul qui modélisera les transferts de chaleur au sein de la gaine de combustible fissile, il est donc nécessaire de renseigner les propriétés thermiques de ses constituants élémentaires. Dans ce chapitre nous allons exposer nos méthodes et résultats de caractérisation des fibres et de matrice *SiC* indépendamment les uns des autres.

## 3.1 Estimation des propriétés thermiques des fibres

### 3.1.1 Etat de l'art sur l'estimation de propriétés sur fibres

Il existe deux grandes familles de méthodes permettant de déterminer la diffusivité thermique de fibres :

- les méthodes par contact ;
- les méthodes sans contact.

#### Méthodes par contact

Ces méthodes consistent en l'installation d'un ou plusieurs thermocouples sur une fibre soumise à une sollicitation quelconque (thermique ou électrique). Ces méthodes ont été développées sur une large gamme de températures, allant de 5 à 800K. Pour les très basses températures, allant de 5K à l'ambiante, l'utilisation d'un potentiomètre thermique permet de déduire *via* la loi de Fourier la conductivité thermique de la fibre [PNH<sup>+</sup>84] [IN90]. Ces méthodes sont applicables à toute nature de fibres (isolants et conducteurs électriques), mais elles restent peu sensibles lorsque la conductivité thermique de celles-ci est faible [ZFF00]. Pour les températures plus élevées, allant jusqu'à 800K, les méthodes par calorimétrie de type AC seront préférées [Kaw89] [YKTH96] [YKTH00]. Ces méthodes consistent en la mesure par thermocouple de la réponse en température modulée induite par un faisceau d'énergie (type lampe halogène ou laser) sur la fibre. La propriété thermique est ensuite estimée par la résolution de l'équation de la chaleur monodimensionnelle.

Même si ces méthodes semblent pratiques et faciles à mettre en oeuvre, elles ne semblent pas convenir à nos températures de fonctionnement. En effet, *in fine* les mesures sur fibres devront être réalisées à haute températures, la température de fonctionnement du réacteur étant de 1000 °C. De plus, il faut pouvoir disposer d'un outil qui permette de caractériser les matériaux d'étude à plus hautes températures pour prévoir le comportement en conditions accidentelles. A ces températures, des problèmes de carburation entre fibres et électrodes viendraient rendre la mesure impossible.

### Méthodes sans contact

Les méthodes sans contact peuvent être divisées en deux catégories :

- **A** - les méthodes optiques ;
- **B** - les méthodes photothermiques.

**A** - Nous citerons deux types de méthodes optiques connues à ce jour pour déterminer les propriétés thermiques d'une fibre : la méthode par effet mirage [SSL98] et la méthode par photoréflexion [JLR<sup>+</sup>03].

- La première méthode consiste en l'excitation locale de la fibre par un faisceau modulé dit "pompe", induisant une onde thermique se propageant le long de la fibre. Un deuxième laser dit "sonde" est positionné perpendiculairement à la fibre, de manière à effleurer sa surface ([SSL98]). Le principe de la méthode consiste en l'évaluation de la déflexion du laser sonde produit par le gradient thermique imposé à la fibre par le laser pompe. L'étude du profil d'amplitude et de phase, induit par la variation des distances entre les deux lasers, conduit à l'estimation de la propriété thermique. Cette méthode, développée à température ambiante, présente l'inconvénient majeur d'être difficile à mettre en oeuvre, au vu de la précision requise pour l'alignement des signaux ;
- La seconde, s'inspirant de [Ros80], évalue la variation de l'orientation de la surface excitée par le faisceau pompe. En effet, l'augmentation de la température implique une variation de l'angle local d'orientation de la surface excitée par effet thermomécanique. Le faisceau sonde est cette fois étudié par réflexion [JLR<sup>+</sup>03]. Les propriétés thermiques de la fibre sont déduites *via* l'étude du déphasage, relevé par une photodiode. Cependant, cette méthode est très dépendante de l'état de surface de la fibre étudiée, qui doit permettre une réflexion optimale du faisceau sonde.

**B** - Les méthodes photothermiques sur fibres consistent en la mesure de l'émission infrarouge (par un monodétecteur ou une caméra infrarouge) induite par une variation de température après une excitation par un faisceau laser, modulé ou non.

- La méthode par excitation modulée consiste en l'excitation périodique locale de la fibre, créant un gradient de température dans le sens longitudinal. La mesure de l'amplitude et de la phase entre la réponse en température modulée et le signal d'excitation permet de remonter à la propriété thermique [OSF97] [OSF98]. Ces méthodes permettent d'étudier la diffusivité thermique de la fibre en température lorsque la fibre est emprisonnée dans une cage à vide [Pra04] [Gra06]. Le schéma de principe de cette méthode est représenté en figure 3.1.  
L'excitation est ici réalisée via un laser modulé, et la réponse thermique est recueillie par un monodétecteur ou une caméra infrarouge. L'amplitude et le déphasage peuvent être mesurés à différentes fréquences d'excitation (via un modulateur électromécanique type "chopper") pour différentes positions sur la fibre (via un dispositif de déplacement du détecteur infrarouge dans le cas du monodétecteur).
- La méthode par excitation créneau consiste à effectuer les mesures thermiques sur un signal continu de manière à observer un régime permanent établi pour ensuite observer le régime de relaxation lorsque le signal d'excitation est coupé. Cette méthode permet d'estimer la diffusivité thermique de la fibre étudiée en confrontant les évolutions de la température sur les deux régimes [VBLAS12].



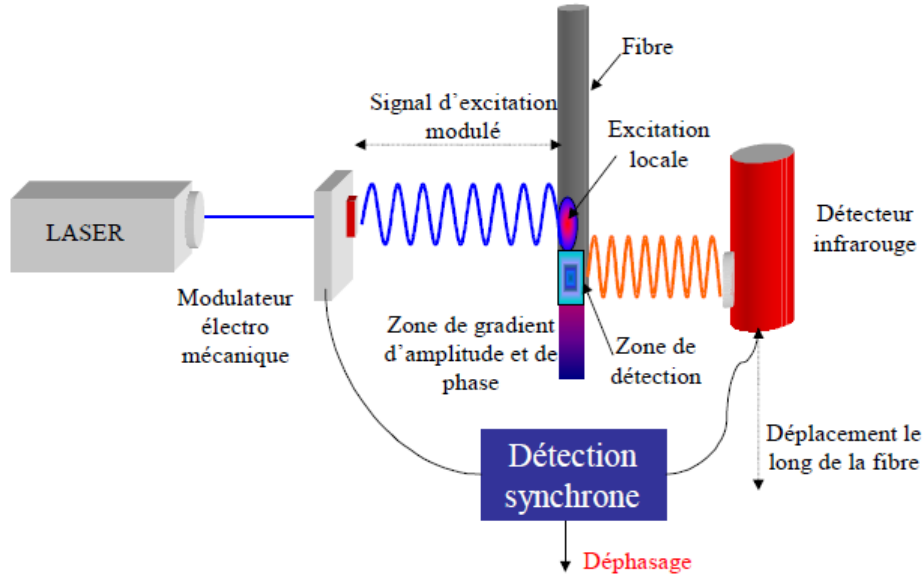


FIGURE 3.1 – Schéma de principe du moyen expérimental de mesure de la diffusivité thermique longitudinale d'une fibre [Pra04]

### Bilan des méthodes de mesures thermiques sur fibres

Trois grandes familles de méthodes de mesures thermiques sur fibres ont été présentées. Il a été montré que les méthodes avec contact ne sont pas adaptées aux gammes de températures visées par le cahier des charges. Bien qu'étant adaptées aux hautes températures, les méthodes optiques ne seront pas retenues pour la suite de l'étude. En effet la méthode par effet mirage est compliquée à mettre en oeuvre et celle par photoréflexion est trop dépendante de l'état de surface de la fibre. Finalement, en tenant compte des installations présentes au LCTS [Pra04] [Gra06], l'étude s'est orientée vers une méthode photothermique en adaptant le banc de mesure du laboratoire présenté en figure 3.1, en remplaçant le monodétecteur par une caméra infrarouge [VBLAS12].

#### 3.1.2 Modèle analytique pour la caractérisation thermique sur fibres

Le modèle présenté dans cette partie est celui proposé par G.Vignoles et al. [VBLAS12]. Il est écrit avec les hypothèses suivantes :

- Le transfert de chaleur doit respecter l'hypothèse de transfert 1D ;
- Le flux injecté est considéré comme constant ;
- La fibre se doit d'être symétrique de part et d'autre du spot laser ;
- La conductivité, la capacité ainsi que les pertes thermiques sont considérées constantes.

Le schéma de principe de l'excitation laser sur une fibre de diamètre  $D$  est présenté à la figure 3.2. Les pertes thermiques sont notées  $h$ .

Ainsi, l'équation de la chaleur s'écrit sous la forme suivante :

$$\rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} - \lambda \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{4h}{D} T = 0 \quad (3.1)$$

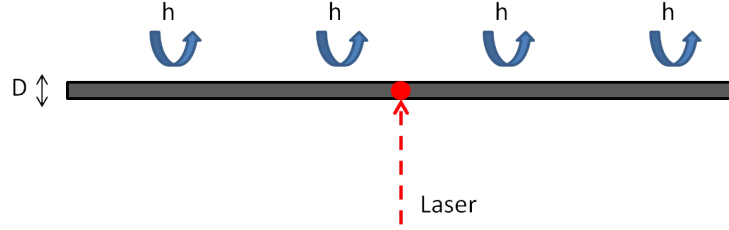


FIGURE 3.2 – Schéma de principe de l'excitation laser sur fibre

où  $D$  représente la diamètre de la fibre étudiée et  $T$  l'excédent de température par rapport à l'ambiante.

Les conditions initiales et limites compte tenu des hypothèses sont les suivantes :

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{x=0} = \phi_0 \quad (3.2)$$

$$\lim_{x \rightarrow +\infty} T(x, t) = 0 \quad (3.3)$$

$$T(x \neq 0, t = 0) = 0 \quad (3.4)$$

où  $\Phi_0$  est la densité de flux reçue. En utilisant les transformées de Laplace, la solution de l'équation 3.1 s'écrit :

$$T(x, t) = \frac{\phi_0 \sqrt{a}}{2\lambda \sqrt{b}} \left[ \exp\left(-\sqrt{\frac{bx^2}{a}}\right) \operatorname{erfc}\left(\sqrt{\frac{x^2}{4at}} - \sqrt{bt}\right) - \left[ \exp\left(-\sqrt{\frac{bx^2}{a}}\right) \operatorname{erfc}\left(\sqrt{\frac{x^2}{4at}} + \sqrt{bt}\right) \right] \right] \quad (3.5)$$

où  $b = \frac{4h}{\rho C_p D}$  est le coefficient de pertes thermiques réduit et  $a = \frac{\lambda}{\rho C_p}$  la diffusivité thermique longitudinale.

A partir de la solution 3.5 de l'équation 3.1, il convient d'étudier deux régimes caractéristiques de conduction :

- Un régime "large  $x$  low  $t$ " où  $x$  est suffisamment grand devant  $t$  pour que  $\sqrt{bt}$  soit suffisamment petit devant  $\sqrt{\frac{x^2}{4at}}$ . Dans ces conditions, le développement asymptotique de  $T$  s'écrit :

$$\ln(T) \approx -\frac{x^2}{4at} + C_0 + C_1(t) - 2\ln(|x|) + \frac{C_2(t)}{x^2} + \mathcal{O}\left(\frac{1}{x^4}\right) \quad (3.6)$$

où les  $C_i$  sont fonctions du temps uniquement. En dérivant cette équation, le développement asymptotique 3.6 devient :

$$\frac{\partial \ln(T)}{\partial x^2} \approx \frac{1}{4at} \quad (3.7)$$

La diffusivité thermique pourra de ce fait être estimée en identifiant la pente correspondante à différents temps.

— Un régime permanent où  $t \rightarrow \infty$ . L'équation 3.5 devient :

$$T(x, \infty) = \frac{\phi_0 \sqrt{a}}{2\lambda \sqrt{b}} \exp\left(-\sqrt{\frac{bx^2}{a}}\right) = \Theta(x) \quad (3.8)$$

Le rapport  $\sqrt{\frac{b}{a}}$  devient donc identifiable en étudiant la pente de la fonction  $\ln(T) = f(|x|)$

En étudiant la relaxation, l'équation 3.1 devient :

$$\ln(T) \cong C - bt - 0.5\ln(\pi bt) + O\left(\frac{1}{t}\right) \quad (3.9)$$

dont les conditions limites sont :

$$\begin{cases} T(x, 0) = \Theta(x) \\ -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \big|_{x=0} = 0 \\ \lim_{x \rightarrow \infty} T(x) = 0 \end{cases} \quad (3.10)$$

où  $b$  est interprété comme étant la pente de la fonction pour les temps longs. Connaissant la valeur de  $b$ , la diffusivité thermique peut désormais être identifiée en prenant en compte la longueur caractéristique  $\sqrt{\frac{b}{a}}$ .

— Enfin, une dernière méthode d'identification par l'équation 3.5 en intégralité, en utilisant les méthodes précédentes comme initialisation.

### 3.1.3 Moyen expérimental

Le banc d'essai utilisé pour mesurer les propriétés thermiques des fibres de carbure de silicium et de carbone a été développé par C. Pradère et G. Grandclaude à partir du banc de caractérisation mécanique sur fibres de C. Sauder [Pra04] [Gra06] [Sau01]. Ce système comprend dans sa conception originelle plusieurs fonctionnalités pour permettre des mesures de propriétés thermomécaniques. Le principe de mesure de la diffusivité thermique utilisé jusqu'à présent s'appuyait sur la mesure du déphasage et de l'amplitude d'un signal modulé.

A une fréquence donnée, le déphasage et la différence d'amplitudes entre le signal d'excitation modulé et la réponse thermique du matériau permet de remonter à la diffusivité thermique. Afin de travailler sur des images et non plus des points, le détecteur infrarouge a été remplacé par une caméra infrarouge FLIR SC7000. La fibre est placée sous vide puis perturbée thermiquement par un laser, dont le faisceau suit un chemin optique guidé par des miroirs et focalisé grâce à un objectif. Un faisceau laser est utilisé pour réaliser l'excitation. Les rayons de celui-ci sont dirigés par des miroirs pour suivre un chemin optique et sont concentrés grâce à un objectif. La fibre est installée dans une enceinte sous vide qui permet si besoin de monter en température sans oxyder la fibre. De plus, cette enceinte sous vide permet de s'affranchir des pertes thermiques par convection. L'utilisation d'un chopper permet d'ouvrir ou de couper le faisceau laser. Enfin, une caméra infrarouge est installée de manière à récupérer les évolutions temporelle et spatiale de la température à la surface de la fibre. Le montage expérimental est présenté en figure 3.3.

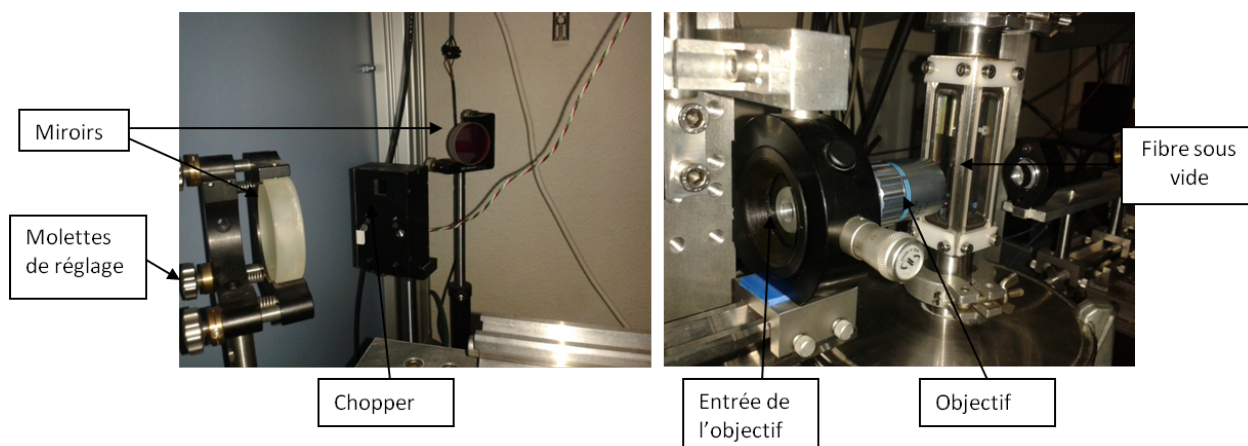


FIGURE 3.3 – Montage expérimental en vue d'estimer la diffusivité thermique de fibres

### 3.1.4 Validation

Afin de contourner les problèmes de fonctionnement du banc de mesure sur fibre existant et d'utiliser les dernières innovations, le détecteur infrarouge est remplacé par une caméra thermique FLIR SC7000. Les vidéos réalisées avec la caméra thermique sont extraites et les données traitées en niveaux de gris. Ces niveaux de gris sont proportionnels à la température de la fibre et considérés comme un écart de températures par rapport à la température d'équilibre. La taille du pixel est mesurée grâce à une image étalon de référence. L'exploitation de ces données *via* la méthode "steady relax" mène à une estimation de diffusivité thermique de la fibre.

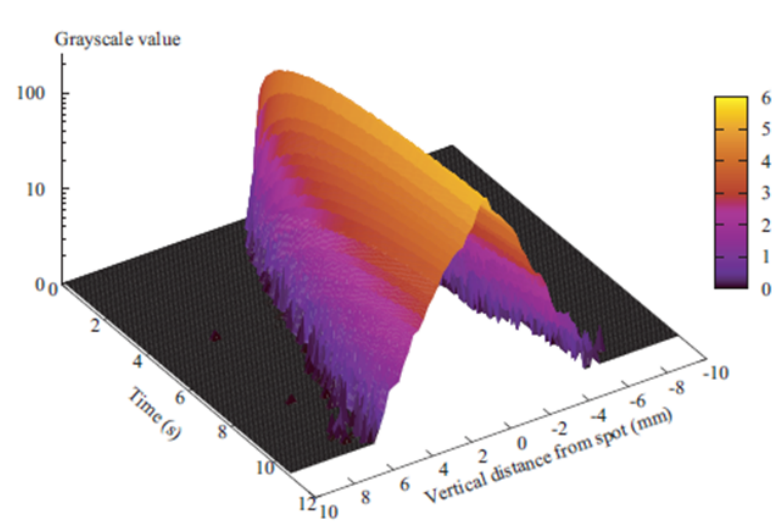


FIGURE 3.4 – Enveloppe du signal de température le long de la fibre au cours du temps

Les vidéos réalisées avec la caméra thermique sont extraites avec le logiciel Altair. Les données contenues dans la vidéo sont seuillées en niveaux de gris. Ces niveaux de gris sont proportionnels à la température de la fibre, prise comme un écart de température  $\theta$  par rapport à la température de base. La taille du pixel est mesurée grâce à une image échelonnée de référence. Les données acquises sont corrélées avec les équations théoriques. Ainsi la température le long de la fibre suit une décroissance logarithmique (Eq.3.8).

L'étude de l'évolution de la température en régime permanent puis en relaxation conduit à une estimation de la diffusivité thermique de la fibre (figure 3.5).

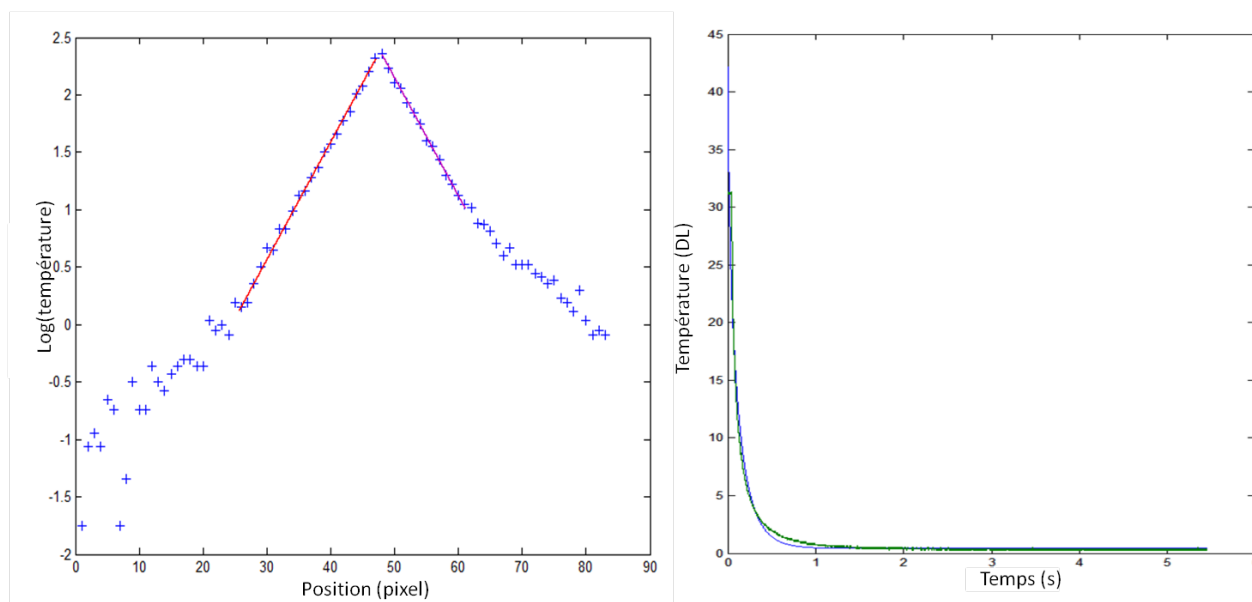


FIGURE 3.5 – Evolution de la température de la fibre en régime permanent (gauche) puis en relaxation (droite)

Les résultats sur fibres de carbone type XN05 sont résumés dans le tableau 3.1. Ces résultats sont présentés pour six fibres, et pour chacune d'entre elles, les estimations sont effectuées sur les pentes droite et gauche adjacentes au spot (cf. figure 3.5).

TABLE 3.1 – Estimations des diffusivités thermiques de fibres XN05

Échantillon	Diffusivité estimée gauche ( $mm^2.s^{-1}$ )	Diffusivité estimée droite ( $mm^2.s^{-1}$ )
1	4.19	4.47
2	3.71	3.62
3	4.05	4.21
4	4.90	5.23
5	4.64	4.58
6	4.16	4.29
Moyenne	4.28	4.4
Écart type	0.43	0.53

La moyenne totale calculée des diffusivités thermiques estimées à gauche et à droite du spot est de  $4.34 \pm 0.46 \text{ mm}^2.s^{-1}$ . Cette valeur est en accord avec la littérature [Pra04], la méthode sera donc appliquée sur les autres lots de fibres, à savoir les fibres Hi-Nicalon S et Tyranno SA3.

### 3.1.5 Résultats et discussion

Le modèle développé par G.Vignoles utilisé pour estimer les propriétés thermiques sur fibres via le banc d'expériences 3.3 validé sur fibres de XN05 est désormais utilisé pour estimer la diffusivité thermique des fibres Hi-Nicalon S utilisées comme constitutants élémentaires de la structure composite de gainage combustible. L'intérêt est aussi porté sur les fibres Tyranno SA3, puisqu'elle permettraient d'élaborer également un composite de qualité nucléaire. Les résultats obtenus sont résumés dans les tableaux 3.2 et 3.3.

TABLE 3.2 – Estimations des diffusivités thermiques de fibres HiNS

Échantillon	Diffusivité estimée gauche ( $mm^2.s^{-1}$ )	Diffusivité estimée droite ( $mm^2.s^{-1}$ )
1	8.34	8.67
2	10.80	10.46
3	9.24	9.25
4	9.72	8.94
5	7.71	8.09
6	8.44	9.56
7	9.70	10.61
Moyenne	9.14	9.37
Écart-type	1.04	0.92

TABLE 3.3 – Estimations des diffusivités thermiques de fibres TSA3

Échantillon	Diffusivité estimée gauche ( $mm^2.s^{-1}$ )	Diffusivité estimée droite ( $mm^2.s^{-1}$ )
1	28.64	30.74
2	29.52	28.43
3	26.35	30.01
4	24.17	23.85
5	24.72	28.49
Moyenne	26.68	28.30
Écart-type	2.35	2.68

La moyenne globale obtenue sur fibres HiNS est de  $9.25 \pm 0.95 mm^2.s^{-1}$ . Celle obtenue sur fibres TSA3 est de  $27.49 \pm 2.53 mm^2.s^{-1}$ . Ces deux valeurs sont en accord avec la littérature. Il convient de noter que l'écart-type obtenu sur les fibres de TSA3 est plus forts que celui obtenu sur les deux autres types de fibres. Cet écart est potentiellement dû à la finesse de la fibre (de l'ordre de  $7 \mu m$ ) qui est largement inférieure à la taille des pixels d'étude.

### 3.1.6 Bilan des estimations

Les résultats obtenus sur trois types de fibres sont résumés en tableau 3.4.

TABLE 3.4 – Bilan des estimations des diffusivités thermiques sur fibres

Échantillon	Diffusivité estimée ( $mm^2.s^{-1}$ )	Diffusivité littérature ( $mm^2.s^{-1}$ )	Ecart (%)
XN05	$4.34 \pm 0.46$	6 [Pra04]	27
HiN-S	$9.25 \pm 0.95$	8.8 [LN13] [KOS <sup>+</sup> 14]	4
TSA3	$27.49 \pm 2.53$	30 [LN13] [KOS <sup>+</sup> 14]	8

Ce tableau montre qu’une erreur est commise sur l’estimation de la diffusivité thermique de la fibre. Cependant, comme cela avait été expliqué, les propriétés sont fortement dépendantes de la nature de la fibre et sont donc sujettes à des variations. De plus, les estimations sur les fibres HiN-S et TSA3 ont un écart de l’ordre de 5 et 10 % par rapport à la littérature. Ces écarts sont en accord avec les écarts-types calculés dans les tableaux 3.2 et 3.3, puisque la méthode semble être précise à 10 %. En tenant compte de ces précisions, les résultats pourront désormais être utilisés comme valeurs d’entrées dans un code de calcul visant à modéliser les transferts de chaleur au sein de la fibre. Ces développements pourront être intéressants dans le cadre d’une étude en température des propriétés thermiques de fibres, le dispositif expérimental le permettant (3.3). Bien que ces valeurs soient déjà commentées dans la littérature, l’identification des propriétés thermiques de ces fibres avec la méthode développée par G.Vignoles sur le banc d’expérience du laboratoire est directement adaptable à des mesures à hautes températures. Cette méthode étant validée, elle pourra désormais être appliquée sur des plages de températures allant de l’ambiante aux températures de fonctionnement jusqu’aux températures accidentelles. Cet aspect, qui ne sera pas étudié dans le cadre de la thèse, sera commenté en perspectives.

## 3.2 Estimation des propriétés thermiques de la matrice

Pour alimenter les codes de calculs thermiques en vue d'estimer numériquement les propriétés thermiques effectives de la structure gaine, il convient d'estimer celles de la matrice. Pour ceci, un échantillon (provenance CEA) est fourni, constitué par un plot en graphite sur lequel a été déposé une couche de  $SiC$  par voie gazeuse, dont l'épaisseur est de l'ordre de  $60\ \mu m$ . Le  $SiC$  déposé a été élaboré dans les conditions d'infiltration de la matrice, c'est donc exactement le même que celui qui compose les couches composites constitutives de la gaine sandwich.

### 3.2.1 Présentation de l'échantillon d'étude

L'échantillon d'étude est présenté figure 3.6.

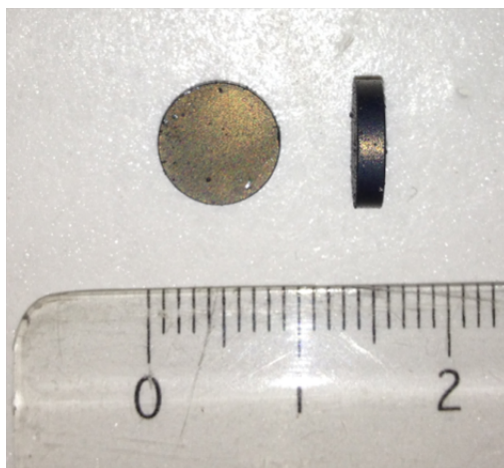


FIGURE 3.6 – Plot en graphite revêtu d'une couche mince de  $SiC$  (provenance CEA)

L'épaisseur du dépôt a pu être vérifiée grâce à une analyse MEB, menée après une coupe transversale de l'échantillon (figure 3.7).

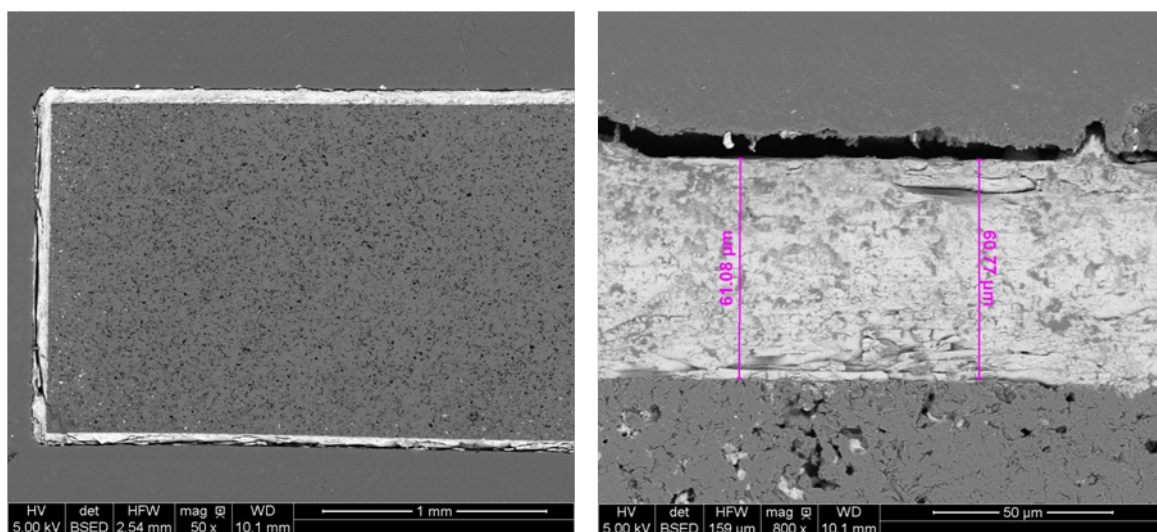


FIGURE 3.7 – Coupe transversale de l'échantillon étudié (image MEB)

Les épaisseurs mesurées sont de  $60 \pm 1.5\ \mu m$ . Pour estimer les propriétés thermiques



du dépôt seul, il faut donc identifier une méthode adaptée au couple bicouche couche mince / matériau conducteur.

De plus, au regard de l'image 3.8 obtenue au MEB, le contact entre les deux couches n'est pas régulier et donc imparfait. La présence de couches successives de *SiC* implique de très légers délaminages. De ce fait, même si le contact entre le dépôt et le substrat est bon, celui-ci n'en reste pas moins imparfait. Pour quantifier ces imperfections, il faudrait observer l'échantillon avec une échelle plus petite, en effectuant une analyse au Microscopie Electronique à Transmission (MET) dont la résolution peut atteindre 0.08 nm. Avec cette méthode, une résistance de contact nanométrique ne passerait pas inaperçue. Cependant, par manque de temps, l'hypothèse d'une résistance thermique de contact nanométrique entre les deux éléments sera considérée comme légitime.

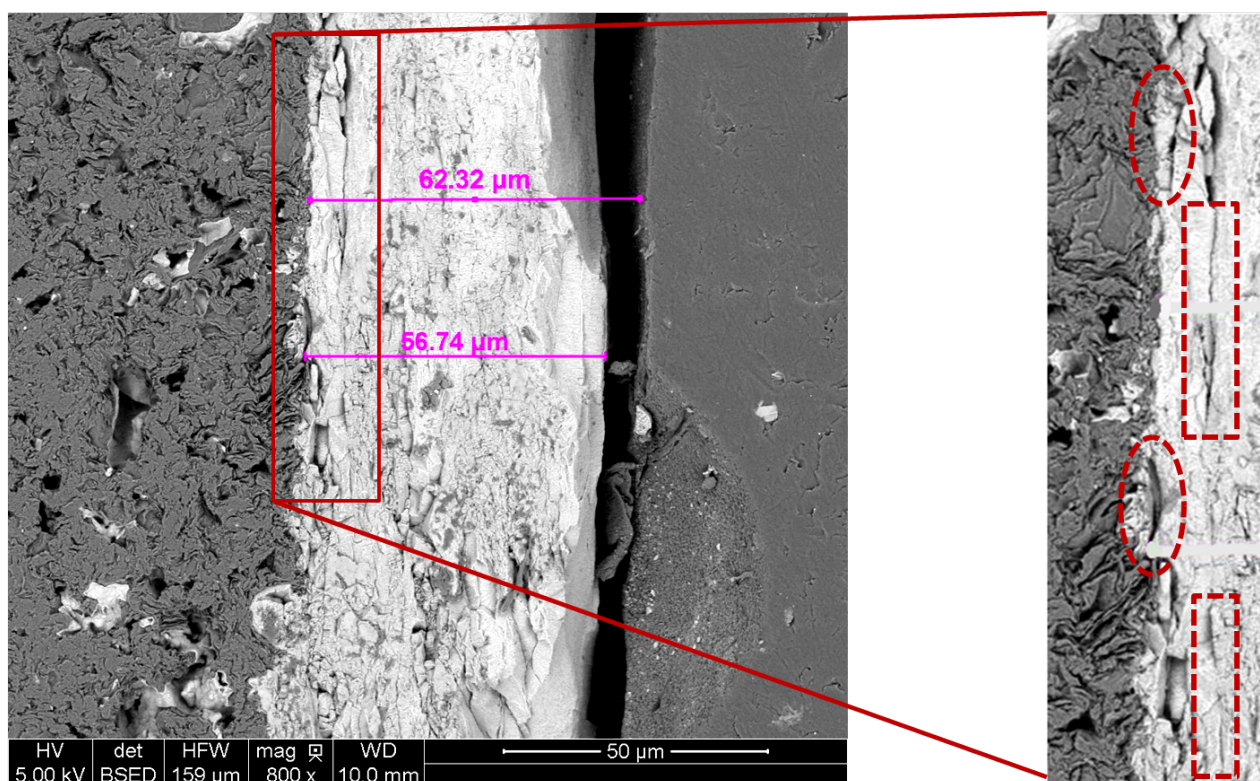


FIGURE 3.8 – Mise en évidence des défauts de contact entre substrat et dépôt

### 3.2.2 Choix du modèle d'estimation

#### Etat de l'art

Il existe différentes méthodes qui permettent d'estimer les propriétés thermiques dans le plan de couches minces [KB77] [BBF04] [EY11]. Nous présenterons une liste, non-exhaustive, d'études scientifiques ayant mené à l'estimation de propriétés thermiques planes de matériaux plus ou moins conducteurs.

Différentes formes d'excitations sont utilisées en vue de caractériser les propriétés d'échantillons, tant qu'elles permettent de suivre leur évolution en température pixel à pixel dans une ou plusieurs directions du plan. Il peut s'agir d'une excitation impulsionnelle localisée (type "spot" laser) [PCBD11], non-uniforme (*via* l'utilisation de masques par exemple) [BBF], ou encore aléatoire [BBF04]. Face aux dimensions de nos échantillons, une excitation impulsionnelle locale type "spot" laser sera préférée.

Les modèles d'estimations les plus couramment utilisés sont l'utilisation des solutions dans l'espace de Fourier-Laplace [PBMD95], par résolution du problème inverse par discrétisation via la méthode des éléments finis [BBF04] ou encore par approche statistique [BBF] [YPDB99]. Face à la robustesse de la méthode aux bruits de mesure, cette dernière approche sera préférée aux autres.

#### Méthode par approche statistique

L'approche statistique la plus utilisée dans la littérature est la Décomposition en Valeurs Singulières (SVD : Singular Value Decomposition) [YPDB99] [BBF] qui permet d'analyser des signaux expérimentaux en vue d'estimer les propriétés thermiques planes sans faire d'hypothèse sur la nature du transfert thermique. Cette méthode consiste en la décomposition d'une matrice en le produit de trois matrices distinctes.

La décomposition en valeurs singulières de toute matrice  $M$  de taille  $m \times n$  s'écrit :

$$M = U.S.V^T \quad (3.11)$$

avec :

- $S$  la matrice de taille  $m \times n$  dans laquelle seront stockées les valeurs singulières ;
- $U$  la matrice de taille  $m \times m$  dont les colonnes sont les vecteurs singuliers de gauche ;
- $V$  la matrice de taille  $n \times n$  dont les colonnes sont les vecteurs singuliers de droite ;

Cette méthode a pour avantage de filtrer les bruits de mesures et donc d'être plus robuste. Elle possède l'avantage d'être efficace sur des matériaux dont les propriétés sont orthotropes. De plus, elle permet l'utilisation d'une excitation thermique avec un spot laser, qui est la seule excitation physiquement exploitable sur les échantillons étudiés. Nous retiendrons par la suite ce modèle de caractérisation thermique pour estimer les propriétés thermiques planes du dépôt de matrice  $SiC_f/SiC$ .

### 3.2.3 Modèle d'estimation par méthode SVD

Cette partie s'appuie sur les travaux d'E. Palomo de Barrio et d'A. Godin sur la décomposition en valeur singulière appliquée à la caractérisation thermique de matériaux homogènes orthotropes [YPDB99] [God13].

Lors d'une expérience de caractérisation thermique, l'échantillon est premièrement soumis à une excitation photo-thermique en surface (à l'aide d'un laser ou d'une lampe munie de masques) de façon à établir un champ de températures non uniforme sur la plaque, noté  $T_0(x, y)$  par la suite. La relaxation thermique de la plaque est ensuite observée à l'aide d'une caméra infrarouge et les données recueillies sont enregistrées pour être traitées.

#### Développement de la méthode

L'équation 3.12 décrit l'évolution thermique de la plaque lors de l'étape de relaxation.

$$\forall t > 0, \forall (x, y) \in \Omega, \frac{\partial T(x, y, t)}{\partial t} = a_x \frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial x^2} + a_y \frac{\partial^2 T(x, y, t)}{\partial y^2} - \beta T(x, y, t) \quad (3.12)$$

$$\text{avec } a_x = \frac{\lambda_x}{\rho C_p}, \quad a_y = \frac{\lambda_y}{\rho C_p}, \quad \beta = \frac{h}{\rho C_p e}.$$

L'échantillon est supposé parfaitement isolé latéralement, soit :

$$\forall t > 0, \forall (x, y) \in \partial\Omega, \vec{\nabla} T(x, y, t) \cdot \vec{n} = 0 \quad (3.13)$$

où  $\vec{n}$  représente le vecteur unitaire normal à  $\partial\Omega$  dirigé vers l'extérieur du domaine. La condition initiale s'écrit :

$$\forall (x, y) \in \Omega, T_0(x, y) = T(x, y, 0) \quad (3.14)$$

Les observations de température sont perturbées par un bruit additif  $\epsilon(x, y, t)$ .  $T$  devient :

$$\tilde{T}(x, y, t) = T(x, y, t) + \epsilon(x, y, t) \quad (3.15)$$

Le bruit de mesure  $\epsilon(x, y, t)$  est souvent gaussien et sa variance est notée  $\sigma_\epsilon^2$ . La résolution spatiale du domaine observable est supposée suffisante pour pouvoir admettre que  $\tilde{T}(x, y, t)$  est une bonne approximation de  $T(x, y, t)$ . L'objectif de la caractérisation est d'estimer les valeurs de  $a_x$  et  $a_y$  à partir des données de températures  $T(x, y, t)$  enregistrées.

Pour améliorer la robustesse des estimations au bruit de mesure, les équations initiales 3.12 et 3.13 sont soumises au changement de variable 3.16 :

$$u(x, y, t) = \int_{\tau=0}^t T(x, y, \tau) d\tau \quad (3.16)$$

Les équations 3.12 et 3.13 deviennent donc :

$$\forall t > 0, \forall (x, y) \in \Omega, \Delta T(x, y, t) = a_x \partial_{xx}^2 u(x, y, t) + a_y \partial_{yy}^2 u(x, y, t) - \beta u(x, y, t) \quad (3.17)$$

$$\forall t > 0, \forall (x, y) \in \partial\Omega, \vec{\nabla} u(x, y, t) \cdot \vec{n} = 0 \quad (3.18)$$

avec

$$\Delta T(x, y, t) = T(x, y, t) - T_0(x, y)$$

On note :

$$u(x, y, t) = \sum_{m=1}^{\infty} V_m(x, y) z_m(t) \quad (3.19)$$

la décomposition en valeurs singulières (SVD) de  $u$  sur la base de projection  $V_m(x, y)_{m=1 \dots \infty}$  définie par l'intégrale de Fredholm du premier ordre :

$$\iint_{\Omega} W(x, y, x', y') V_m(x', y') dx' dy' = \sigma_m^2 V_m(x, y) \quad (3.20)$$

où  $\sigma_m^2$  sont les valeurs propres de la matrice énergie  $W$  et  $\sigma_m$  les valeurs singulières de  $u$ . Avec la condition d'orthogonalité :

$$\langle V_m, V_k \rangle_{\Omega} \equiv \iint_{\Omega} V_m(x, y) V_k(x, y) dx dy = \delta_{mk} \quad (3.21)$$

et

$$W(x, y, x', y') = \int_{t=0}^{t_f} T(x, y, t) T(x', y', t) dt \quad (3.22)$$

La matrice énergie  $W$  peut alors d'écrire grâce au théorème de Hilbert-Schmidt :

$$W(x, y, x', y') = \sum_{m=1}^{\infty} \sigma_m^2 V_m(x, y) V_m(x', y') \quad (3.23)$$

En remplaçant  $u(x, y, t)$ , en multipliant l'ensemble de ces équations par les coefficients de projection  $z_m(t)$  et en les intégrant sur  $[0, t_f]$ , les équations 3.17 et 3.18 deviennent :

$$\forall (x, y) \in \Omega, f_m(x, y) = a_x \partial_{xx}^2 V_m(x, y) + a_y \partial_{yy}^2 V_m(x, y) - \beta V_m(x, y) \quad (3.24)$$

$$\forall (x, y) \in \partial\Omega, \vec{\nabla} V(x, y) \cdot \vec{n} = 0 \quad (3.25)$$

avec

$$f_m(x, y) = \frac{1}{\sigma_m^2} \langle \Delta T(x, y, t), z_m(t) \rangle_t = \frac{1}{\sigma_m^2} \int_{t=0}^{t_f} \Delta T(x, y, t) z_m(t) dt \quad (3.26)$$

En tenant compte du bruit de mesure  $\epsilon(x, y, t)$ , les fonctions propres  $V_m$  et fonctions sources  $f_m$  pourront être notées :

$$\tilde{V}_m(x, y, t) = V_m(x, y, t) + \epsilon_{V_m}(x, y, t) \quad (3.27)$$

$$\tilde{f}_m(x, y, t) = f_m(x, y, t) + \epsilon_{f_m}(x, y, t) \quad (3.28)$$

$\epsilon_{V_m}$  et  $\epsilon_{f_m}$  étant les bruits de mesures hérités par les nouveaux observables.

Soit  $p(x, y)$  une fonction test définie sur  $\Omega$ , continue et dérivable partout à l'ordre 2. Le gradient de  $p(x, y)$  sera supposée comme s'annulant aux bords de la plaque. En multipliant 3.24 par la fonction test, il découle que :

$$\begin{aligned} \langle f_m(x, y), p(x, y) \rangle_\Omega &= a_x \left\langle V_m(x, y), \frac{\partial^2 p(x, y)}{\partial x^2} \right\rangle_\Omega \\ &+ a_y \left\langle V_m(x, y), \frac{\partial^2 p(x, y)}{\partial y^2} \right\rangle_\Omega - \beta \langle V_m(x, y), p(x, y) \rangle_\Omega \end{aligned} \quad (3.29)$$

Dès lors, l'estimation s'opère en deux temps : premièrement le paramètre  $\beta$  est identifié, ensuite les diffusivités thermiques  $a_x$  et  $a_y$  sont estimées.

Pour estimer le paramètre  $\beta$ , il suffit de définir la fonction test comme suit :

$$\langle f_m(x, y) \rangle_\Omega = -\beta \langle V_m(x, y) \rangle_\Omega$$

et donc, pour  $m = 1$  :

$$\tilde{\beta} = -\frac{f_1(\tilde{x}, y)}{V_1(\tilde{x}, y)} \quad (3.30)$$

En remplaçant les fonctions tests  $p(x, y)$  par les fonctions singulières  $V_m(x, y)$  à l'ordre 1 et 2  $V_1(x, y)$  et  $V_2(x, y)$ , et en tenant compte de leur propriété d'orthonormalité, l'équation 3.29 devient au premier et au second ordre :

$$\langle f_1(x, y), V_1(x, y) \rangle + \beta = a_x \langle \partial_{xx}^2 V_1(x, y), V_1(x, y) \rangle_\Omega + a_y \langle \partial_{yy}^2 V_1(x, y), V_1(x, y) \rangle_\Omega \quad (3.31)$$

$$\langle f_1(x, y), V_2(x, y) \rangle + \beta = a_x \langle \partial_{xx}^2 V_1(x, y), V_2(x, y) \rangle_\Omega + a_y \langle \partial_{yy}^2 V_1(x, y), V_2(x, y) \rangle_\Omega \quad (3.32)$$

Donc, les diffusivités thermiques seront estimées grâce au système d'équations 3.33

$$\begin{bmatrix} a_x \\ a_y \end{bmatrix} = \tilde{M}^{-1} \tilde{y} \quad (3.33)$$

avec

$$\tilde{y} = \begin{bmatrix} \langle \tilde{f}_1(x, y), \tilde{V}_1(x, y) \rangle_\Omega + \tilde{\beta} \\ \langle \tilde{f}_1(x, y), \tilde{V}_2(x, y) \rangle_\Omega \end{bmatrix} \quad (3.34)$$

et

$$\tilde{M} = \begin{bmatrix} \partial_{xx}^2 V_1(x, y), V_1(x, y) \rangle_\Omega & \partial_{yy}^2 V_1(x, y), V_1(x, y) \rangle_\Omega \\ \partial_{xx}^2 V_1(x, y), V_2(x, y) \rangle_\Omega & \partial_{yy}^2 V_1(x, y), V_2(x, y) \rangle_\Omega \end{bmatrix} \quad (3.35)$$

### Simulation du problème par la méthode SVD-FT

La méthode SVD-FT est proposée par Alexandre GODIN dans le cadre de sa thèse [God13]. Cette version simplifiée est adaptée à la caractérisation de matériaux homogènes orthotropes.

La fonction  $p(x, y)$  est désormais définie de manière analytique. La fonction test s'écrit :

$$p(x, y) = p_x(x)p_y(y) \quad (3.36)$$

pour estimer la diffusivité  $a_x$ , la fonction  $p_y(y)$  est considérée unitaire et  $p_x(x) = p_k^2(x)$  où  $p_k(x)$  est la solution du problème aux valeurs propres suivant :

$$\begin{aligned} \forall x \in (0, L_x) \quad \partial_{xx}^2 p_k(x) + \lambda_k^2 p_k(x) &= 0 \\ x = 0, x = L_x \quad p_k(x) &= 0 \end{aligned} \quad (3.37)$$

Le système d'équation 3.37 possède comme solution :

$$p_x(x) = \sqrt{\frac{2}{L_x}} \sin\left(\frac{k\pi x}{L_x}\right) \quad (3.38)$$

La solution la plus adaptée à l'estimation de propriétés est la fonction propre la plus petite, *i.e.* pour  $k = 1$  [God13]. Il en résulte que pour estimer la diffusivité thermique  $a_x$ , la fonction propre la plus adaptée est donc :

$$p_x(x) = \sqrt{\frac{2}{L_x}} \sin\left(\frac{\pi x}{L_x}\right) \quad (3.39)$$

L'équation 3.29 devient :

$$\langle f_1(x, y), p(x, y) \rangle_\Omega = a_x \left\langle V_1(x, y), \frac{\partial^2 p(x, y)}{\partial x^2} \right\rangle_\Omega - \beta \langle V_1(x, y), p(x, y) \rangle_\Omega \quad (3.40)$$

De cette manière, la diffusivité thermique  $a_x$  peut être estimée indépendamment de  $a_y$ . Finalement, l'estimateur de  $a_x$  s'écrit :

$$\hat{a}_x = \frac{\langle \tilde{f}_1(x, y), p(x, y) \rangle_\Omega + \hat{\beta} \langle \tilde{V}_1(x, y), p(x, y) \rangle_\Omega}{\langle \tilde{V}_1(x, y), \partial_{xx}^2 p(x, y) \rangle_\Omega} \quad (3.41)$$

avec

$$\forall (x, y) \in [0, L_x] \times [0, L_y] \quad p(x, y) = \sqrt{\frac{2}{L_x}} \sin\left(\frac{\pi x}{L_x}\right)$$

Avec le même raisonnement appliqué à l'estimation de la diffusivité thermique  $a_y$ , *i.e.* en posant  $p_x(x) = 1$  et  $p_y(y) = \sqrt{\frac{2}{L_y}} \sin\left(\frac{\pi y}{L_y}\right)$ , l'estimateur de  $a_y$  s'écrit :

$$\hat{a}_y = \frac{\langle \tilde{f}_1(x, y), p(x, y) \rangle_\Omega + \hat{\beta} \langle \tilde{V}_1(x, y), p(x, y) \rangle_\Omega}{\langle \tilde{V}_1(x, y), \partial_{yy}^2 p(x, y) \rangle_\Omega} \quad (3.42)$$

avec

$$\forall (x, y) \in [0, L_x] \times [0, L_y] \quad p(x, y) = \sqrt{\frac{2}{L_y}} \sin\left(\frac{\pi y}{L_y}\right)$$

### 3.2.4 Validations numériques

Pour valider la méthode d'estimation, une expérience flash laser a été modélisée. Premièrement, celle-ci a été effectuée sur un échantillon monocouche isolant puis conducteur. Cette modélisation a été reproduite pour un échantillon bicouche conducteur avec des propriétés proches de celles des échantillons étudiés de manière à imiter parfaitement le transfert thermique au sein de nos échantillons (plot en graphite avec dépôt de matrice *SiC*).

#### Description des expériences numériques 3D

Le problème thermique à résoudre est régi par l'équation de la chaleur. Celle-ci est représentée par l'équation en trois dimensions 3.43 :

$$\rho c_i \frac{\partial T(x, y, z, t)}{\partial t} = \lambda_{i_x} \frac{\partial^2 T(x, y, z, t)}{\partial x^2} + \lambda_{i_y} \frac{\partial^2 T(x, y, z, t)}{\partial y^2} + \lambda_{i_z} \frac{\partial^2 T(x, y, z, t)}{\partial z^2} \quad (3.43)$$

où  $\lambda_{i_x}$ ,  $\lambda_{i_y}$  et  $\lambda_{i_z}$  représentent les conductivités thermiques de l'échantillon dans les trois directions de l'espace de la  $i^{eme}$  couche et  $\rho c_i$  la capacité thermique volumique de la  $i^{me}$  couche. Lorsque  $i = 1$  dans le cas d'un échantillon monocouche (couche de *SiC* seule par exemple) et  $i = (1, 2)$  dans le cas d'un échantillon bicouche (ici, une couche de *SiC* et une couche de graphite).

Les conditions sont adiabatiques aux frontières et il y a continuité de température et de flux aux interfaces. Les conditions aux limites sont alors définies par :

$$\left\{ \begin{array}{ll} -\lambda \frac{\partial T}{\partial z} = 0 & z = L_z \\ -\lambda \frac{\partial T}{\partial z} = -hT + \varphi & z = 0 \\ -\lambda \frac{\partial T}{\partial x} = -hT & \forall x = [0, L_x] \quad y = \{0, L_y\} \\ -\lambda \frac{\partial T}{\partial y} = -hT & \forall y = [0, L_y] \quad x = \{0, L_x\} \end{array} \right. \quad (3.44)$$

où  $h$  est le coefficient de transfert thermique (convection et/ou radiation) entre le milieu et son environnement,  $\varphi(x, y, t)$  est la densité de flux appliquée à l'échantillon au point  $(x, y) \in \omega$  à l'instant  $t \leq t_0$  et où  $\omega$  représente la surface de l'échantillon qui est sollicitée. On suppose que l'échantillon est parfaitement isolé à sa base. Finalement, le problème thermique est représenté schématiquement en figure 3.9.

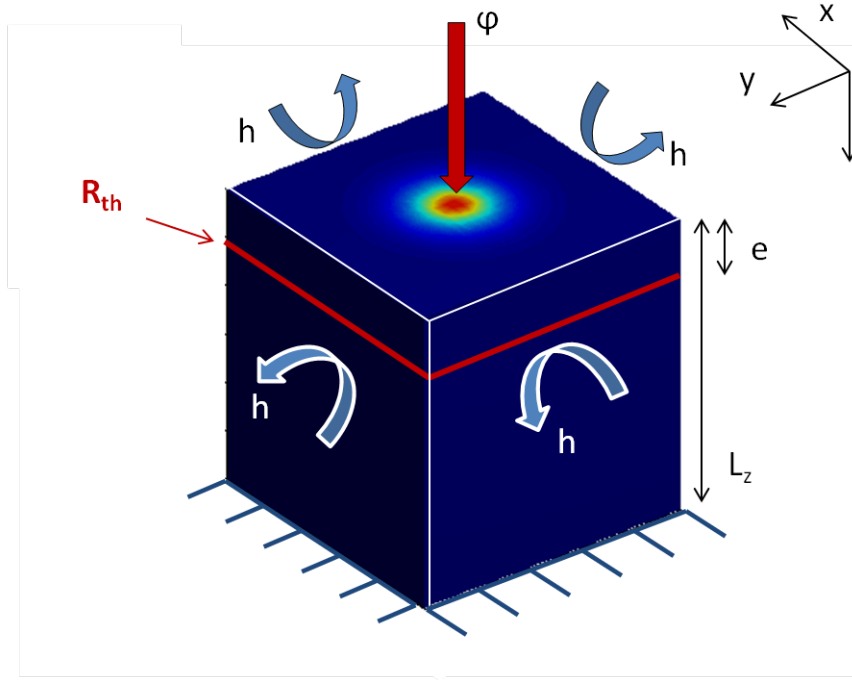


FIGURE 3.9 – Représentation schématic de l'expérience numérique en trois dimensions

Cette méthode étant développée pour des matériaux sans gradient de températures dans l'épaisseur, il convient de vérifier qu'elle est applicable dans le cadre d'un échantillon bicouche conducteur. Pour ceci, une étude préalable est réalisée pour tester ses limites. Elle comprend :

- une étude numérique sur échantillon monocouche où seront discutées les influences du bruit, de l'épaisseur et de la conductivité sur l'estimation ;
- une étude numérique sur échantillon bicouche sans résistance de contact ;
- une étude numérique sur échantillon bicouche avec résistance de contact.

Dans le cadre d'un échantillon bicouche, la résistance thermique de contact se traduit par la condition de continuité suivante :

$$\begin{aligned} \forall (x, y, z) \in \partial\Omega_{12}, \forall t > 0 \quad & -\lambda_1 \nabla T(x, y, z, t) \cdot n_{12} = -[T(x, y, z, t)^1 - T(x, y, z, t)^2] / R_{th} \\ & -\lambda_2 \nabla T(x, y, z, t) \cdot n_{21} = -[T(x, y, z, t)^2 - T(x, y, z, t)^1] / R_{th} \end{aligned} \quad (3.45)$$

où  $n_{12}$  (respectivement  $n_{21}$ ) est le vecteur unitaire normal à  $\partial\Omega_{12}$  dirigé de  $\Omega_1$  vers  $\Omega_2$  et  $R_{th}$  représente la résistance thermique de contact sur cette interface [God13].

Pour résoudre les équations présentées ci-dessus, une méthode des volumes finis est utilisée. Dans toutes les expériences de caractérisation, l'excitation en flux ne sert qu'à établir un champ de température non-uniforme à la surface de l'échantillon. Les données utiles à l'estimation des propriétés sont celles correspondant à l'étape de relaxation thermique. Soit  $t_f$  la durée totale de l'expérience et  $t_0$  le temps d'excitation, l'estimation des paramètres se fera donc pour tout  $t$  compris dans l'intervalle défini tel que  $0 < t_0 < t < t_f$ .



### Sur échantillon monocouche isolant avec face arrière isolée

Une expérience flash laser est modélisée sur un échantillon monocouche d'isolant type "skamol", ayant une diffusivité théorique de  $0.328 \text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$ . Un impact flash d'une durée se rapprochant du Dirac est modélisé et son évolution temporelle de la température est suivie en tout pixel, comme le montre la figure 3.10 :

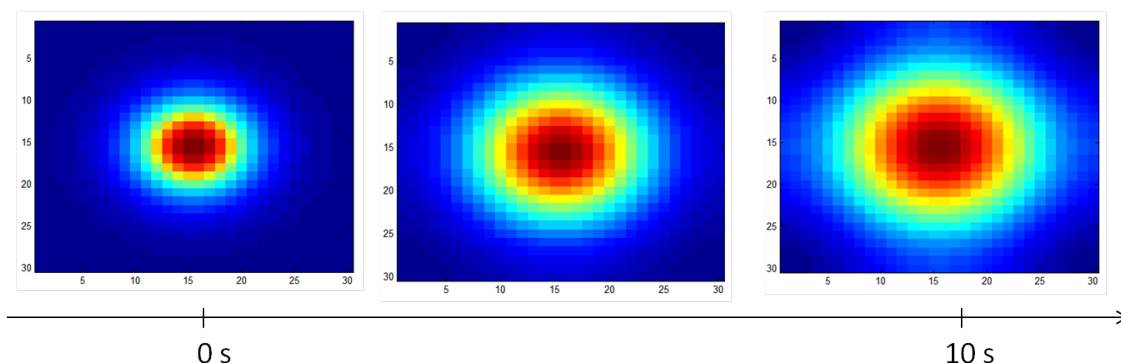


FIGURE 3.10 – Expérience flash numérique sur échantillon isolant de type "skamol"

Pour étudier la validité du modèle, une campagne d'estimations a été menée en faisant varier le bruit de mesure numérique, i.e. en rajoutant un bruit Gaussien avec différentes variances. Les résultats sur un échantillon de skamol d'une épaisseur de  $60 \mu\text{m}$  sont reportés dans le tableau 3.5.

TABLE 3.5 – Erreur sur l'estimation pour un signal soumis à un bruit numérique croissant

Variance	Diffusivité estimée ( $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ )	Erreur sur l'estimation (%)
0	0.328	$2.10^{-3}$
0.5	0.3284	0.15
5	0.327	0.22
10	0.325	0.7
20	0.324	1.4

Pour un signal parfait (bruit nul) la méthode permet d'estimer la diffusivité thermique du monocouche isolant sans erreur. Ce résultat est cohérent puisque la propriété est estimée directement *via* la solution donnée par l'estimateur. En augmentant la variance du bruit numérique, les diffusivités sont estimées avec un écart inférieur à 2% par rapport à la diffusivité thermique théorique. Ce résultat permet d'affirmer que l'estimation des propriétés thermiques sur un signal expérimental partiellement dégradé par les bruits de mesures restera valide. L'influence des bruits de mesures sur l'estimation est donc ici négligeable.

### Application sur échantillon monocouche conducteur avec face arrière isolée

Le modèle d'estimation est maintenant testé en faisant varier le paramètre "diffusivité". En effet, La matrice  $SiC$  est considérée comme thermiquement conductrice. Le

modèle d'estimation doit donc rester robuste pour les matériaux conducteurs, *i.e.* pour des valeurs de diffusivités thermiques élevées. Une campagne numérique faisant varier uniquement la diffusivité thermique de 10 à 100  $mm^2.s^{-1}$  avec un pas de 10  $mm^2.s^{-1}$  est reportée tableau 3.6.

TABLE 3.6 – Erreur sur la précision de l'estimation en fonction de la nature thermique de l'échantillon étudié

Diffusivité thermique théorique ( $mm^2.s^{-1}$ )	Diffusivité thermique estimée ( $mm^2.s^{-1}$ )	Erreur sur l'estimation
10	10.08	0.83
20	20.18	0.90
30	30.33	1.09
40	40.55	1.37
50	50.83	1.66
60	61.17	1.95
70	71.57	2.24
80	82.02	2.53
90	92.54	2.82
100	103.12	3.12

La méthode est peu sensible à la nature de l'échantillon, même si sa précision semble quelque peu se dégrader lorsque celui-ci est plus conducteur. Pour chaque valeur de diffusivité thermique étudiée avec la méthode d'estimation par SVD, l'erreur commise est inférieure à 3.5%. La méthode d'estimation est donc validée pour un matériau fortement conducteur. Une étude de l'influence de l'épaisseur de *SiC* est ensuite menée pour vérifier que la méthode est bien adaptée aux couches minces conductrices. Les résultats de cette étude sur une épaisseur de *SiC* de 60  $\mu m$  sont reportés dans le tableau 3.7.

TABLE 3.7 – Erreur sur l'estimation en fonction de l'épaisseur de dépôt de *SiC* prise en compte

Epaisseur de <i>SiC</i>	Diffusivité thermique estimée ( $mm^2.s^{-1}$ )	Erreur sur l'estimation
10 $\mu m$	61.04	1.87
100 $\mu m$	61.14	2.04
1 mm	68.73	10.31

L'étude de l'influence de l'épaisseur de *SiC* sur l'estimation de la diffusivité thermique montre que la méthode est particulièrement adaptée aux couches minces, puisque pour une épaisseur de 1 mm, l'erreur sur l'estimation est déjà de 10%.

### Sur échantillon bicouche avec résistance de contact

Le contact imparfait entre le dépôt de *SiC* et le plot de graphite suggère l'existence de résistances thermiques de contact. Il convient donc d'étudier l'impact de ces résistances sur l'estimation de la propriété thermique de la première couche.

Premièrement, une étude sur l'influence de la profondeur de graphite (dont la conductivité thermique est fixée à  $50 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) est menée en prenant en compte une épaisseur de résistance de contact de 1 nm, modélisée par une lame d'air ( $\lambda = 0.0262 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Les résultats obtenus pour différentes épaisseurs de substrat sont reportés dans le tableau 3.8.

TABLE 3.8 – Influence de l'épaisseur de graphite sur l'estimation de la diffusivité thermique en considérant une résistance de contact

Epaisseur de graphite	Diffusivité estimée ( $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ )	Erreur sur l'estimation (%)
10 $\mu\text{m}$	61.05	2.01
100 $\mu\text{m}$	62.21	0.16
1 mm	64.43	3.41
10 mm	59.65	4.26

L'erreur numérique sur l'estimation est faible quelle que soit l'épaisseur de graphite prise en compte (avec seulement 4.26% d'erreur pour une épaisseur de 1 cm de graphite). L'intérêt est maintenant porté sur l'influence de l'épaisseur d'une lame d'air séparant le substrat et le dépôt. Le tableau 3.9, qui résume les résultats obtenus pour une épaisseur de lame d'air croissante entre un dépôt de  $60\mu\text{m}$  de *SiC* et un substrat de graphite d'épaisseur égale à 1 cm, montre que plus l'épaisseur de la résistance est grande, plus l'erreur sur l'estimation engendrée est faible.

TABLE 3.9 – Influence de l'épaisseur de la résistance de contact thermique sur l'estimation de la diffusivité thermique pour une épaisseur de substrat de 1 cm et un dépôt de  $60\mu\text{m}$

Epaisseur de résistance de contact	Diffusivité estimée ( $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$ )	Erreur sur l'estimation (%)
0	101.06	62.19
1 nm	64.37	3.32
1 $\mu\text{m}$	61.06	2

Il en résulte que même pour une valeur de résistance de contact faible, l'estimation est très largement améliorée (3.32% contre 62.19% sans résistance de contact). La résistance de contact agit comme isolant entre les deux parois et favorise fortement le transfert thermique dans les directions du plan. La méthode employée semble permettre l'estimation des propriétés thermiques de manière fiable. Dans la suite de l'étude numérique, la conductivité thermique du *SiC* sera considérée égale à  $130 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  soit une diffusivité thermique de  $62 \text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$ . Une coupe transverse de l'échantillon numérique est réalisée de manière à observer l'évolution des champs de températures au niveau du spot, prenant en compte une épaisseur de *SiC* de  $60\mu\text{m}$  et une épaisseur de graphite de 1 mm (figure

3.11) séparés par une lame d'air nanométrique.

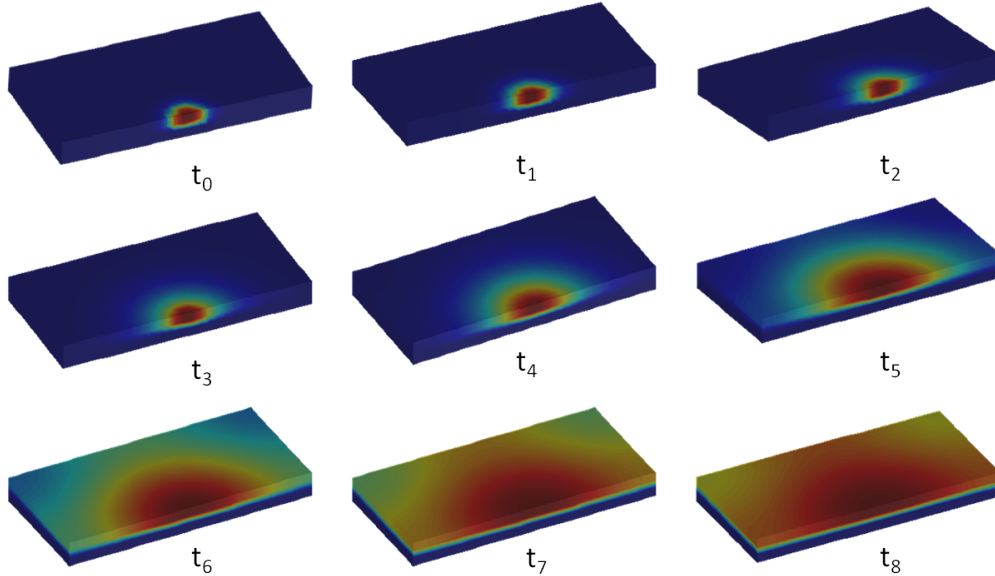


FIGURE 3.11 – Modélisation du transfert thermique au sein du couple dépôt / substrat en présence d'une résistance de contact

La représentation des champs de températures au sein de l'échantillon bicouche met en évidence l'impact de la présence d'une résistance thermique de contact, qui favorise largement la propagation plane de l'onde thermique tout en limitant le transfert de chaleur dans le sens de l'épaisseur. L'inclusion d'une résistance thermique de contact, aussi faible soit elle, a donc pour effet d'améliorer très largement l'estimation de la diffusivité par méthode SVD, celle-ci étant développée pour les transferts thermiques plans. L'évolution temporelle de la température de chaque pixel de l'échantillon numérique bicouche correspondant à celui présenté en figure 3.11 en l'absence de bruit est présentée en figure 3.12. Cette figure montre la réponse en température d'un échantillon bicouche conducteur après une excitation impulsionnelle par un laser sur durée de 0.02 secondes. L'estimation par la méthode SVD s'effectue sur la période de relaxation en température [YPDB99].

#### Influence du bruit sur l'estimation de l'échantillon complet

La dernière étape de validation de la méthode d'estimation consiste en une deuxième étude de l'influence du bruit sur l'estimation des paramètres sur le système complet (échantillon bicouche conducteur avec faible dépôt de *SiC* sur plot en graphite avec faible résistance de contact thermique entre les deux couches). Pour ceci, différents bruits numériques sont ajoutés pour recréer des observations :

- de bonne qualité, avec amplitude du bruit de mesure égale à  $\pm 0.02^\circ \text{C}$
- de qualité modérée, avec amplitude du bruit de mesure égale à  $\pm 0.1^\circ \text{C}$
- de mauvaise qualité, avec amplitude du bruit de mesure égale à  $\pm 0.5^\circ \text{C}$

Les thermogrammes pixel à pixel pour un signal simulé avec une amplitude de bruit de mauvaise qualité sont présentés sur figure 3.13.

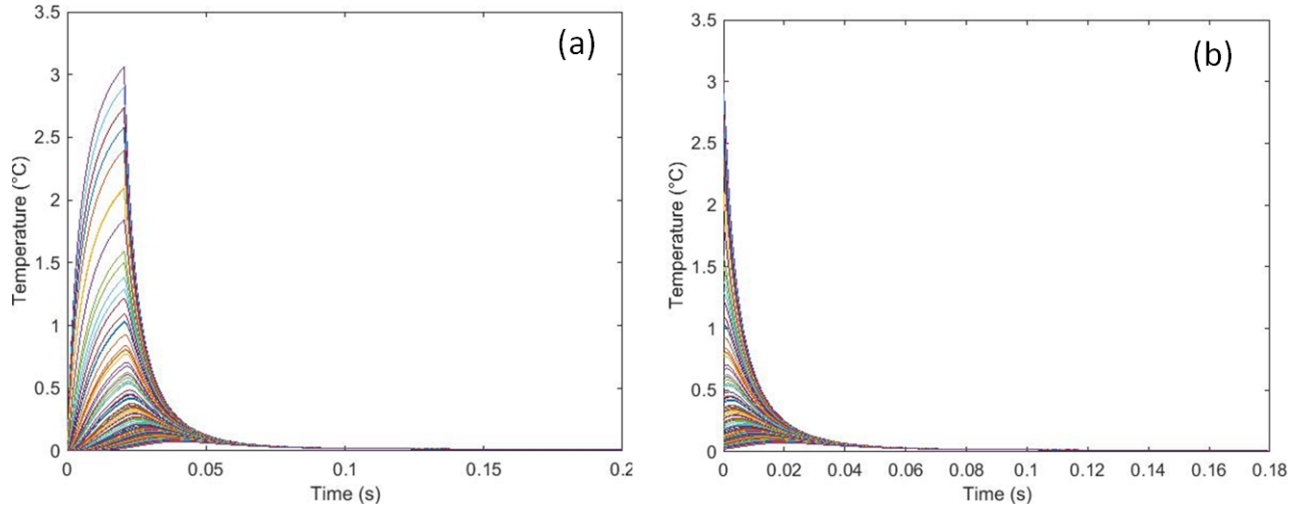


FIGURE 3.12 – Evolution temporelle de la température pixel à pixel pour un échantillon bicouche conducteur (a) sur le domaine de relaxation thermique (b)

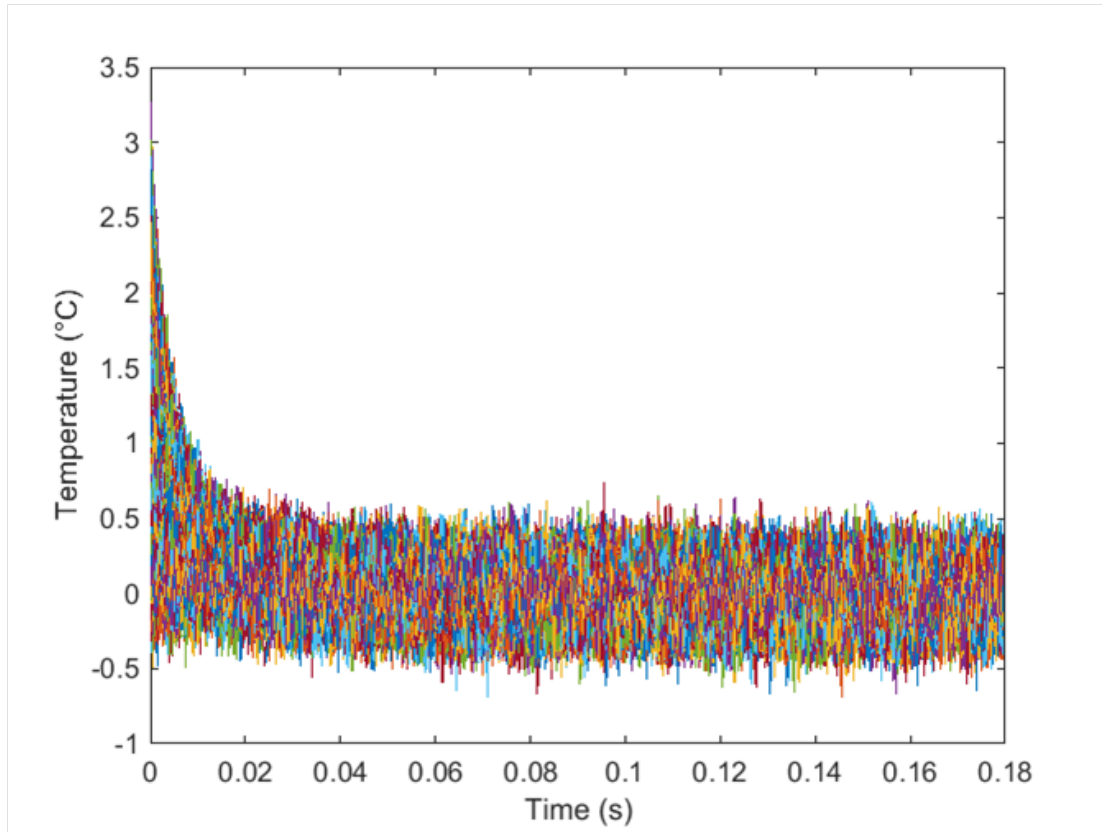


FIGURE 3.13 – Champ de températures  $t > t_0$  pour un échantillon bicouche  $SiC/graphite$  avec un bruit de  $\pm 0.5$  °C

A priori, en se basant sur les résultats contenus dans le tableau 3.5, l'ajout de bruit de mesure sur les thermogrammes ne devrait avoir que peu d'impact sur l'estimation des paramètres par méthode SVD, ce qui constitue d'ailleurs un de ses principaux atouts. L'estimation des paramètres réalisée est résumée dans le tableau 3.10, la valeur cible de diffusivité thermique étant fixée arbitrairement à  $62 \text{ mm}^2.s^{-1}$ .

TABLE 3.10 – Influence du bruit de mesure sur l’estimation des diffusivités thermiques dans le plan

Bruit de mesure ( ° C)	Diffusivité prise en compte	Diffusivité estimée ( $mm^2.s^{-1}$ )	Erreur sur l’estimation (%)	Anisotropie
0.02	$a_x$	59.72	4.16	1
	$a_y$	59.59	4.36	
0.1	$a_x$	60.13	3.48	1.01
	$a_y$	59.45	4.58	
0.5	$a_x$	62.25	0.08	1.06
	$a_y$	58.77	5.67	

Avec l’ajout de bruit, il apparait que les diffusivités thermiques ont tendance à être sous-estimée. De plus, l’ajout de bruit met en avant un rapport d’anisotropie non-unitaire. En effet, le rapport d’anisotropie avec un bruit ajouté de  $\pm 0.5$  ° C est de 1.06. Le bruit ajouté étant blanc, il n’y a à priori aucune raison pour que l’estimation induise un rapport d’anisotropie différent de 1. Cet écart est en fait imputable à la méthode d’estimation elle-même. Pour plus d’informations, le lecteur pourra se reporter à [Ayv12]. Il apparait donc que, pour le système d’étude complet, l’ajout de bruit permet d’estimer les propriétés thermiques du dépôt de manière fiable, mais induit une léger écart sur l’estimation des propriétés dans les deux directions de l’espace.

#### Bilan de l’influence des différents paramètres

Les différentes études numériques menées montrent que la méthode d’estimation par SVD est adaptée à notre échantillon d’étude. En effet, l’influence des différents paramètres a été discutée. Les résultats obtenus montrent que si l’expérience numérique est reproduite exactement sur le banc d’expérience (flash laser sur un échantillon avec faible dépôt de matrice *SiC* sur plot en graphite), cette méthode permet d’obtenir les diffusivités thermiques dans le plan de dépôts avec une bonne précision.

#### 3.2.5 Dispositif expérimental

L’expérience numérique a été reproduite sur un banc de mesure de manière identique. Elle consiste en l’excitation ponctuelle de la surface du plot en graphite par une diode laser. Pour exciter le plot perpendiculairement à sa surface, un miroir dichroïque, qui a la particularité de réfléchir le faisceau laser tout en laissant traverser les rayons infrarouges, est utilisé. La diode est pilotée par un générateur de fréquence et la caméra infrarouge (FLIR SC7000) est équipée d’un objectif microscopique L0709T. En pratique, la résolution spatiale la plus grande accessible est d’environ  $20 \mu m$ . Pour obtenir une résolution adaptée à la taille de l’échantillon d’étude (8 mm de diamètre,  $60 \mu m$  d’épaisseur de *SiC*), un objectif microscopique est installé sur la caméra. De ce fait, la résolution spatiale est atténuée à la valeur de  $20 \mu m$  par pixel. Le dispositif expérimental décrit est représenté figure 3.14.

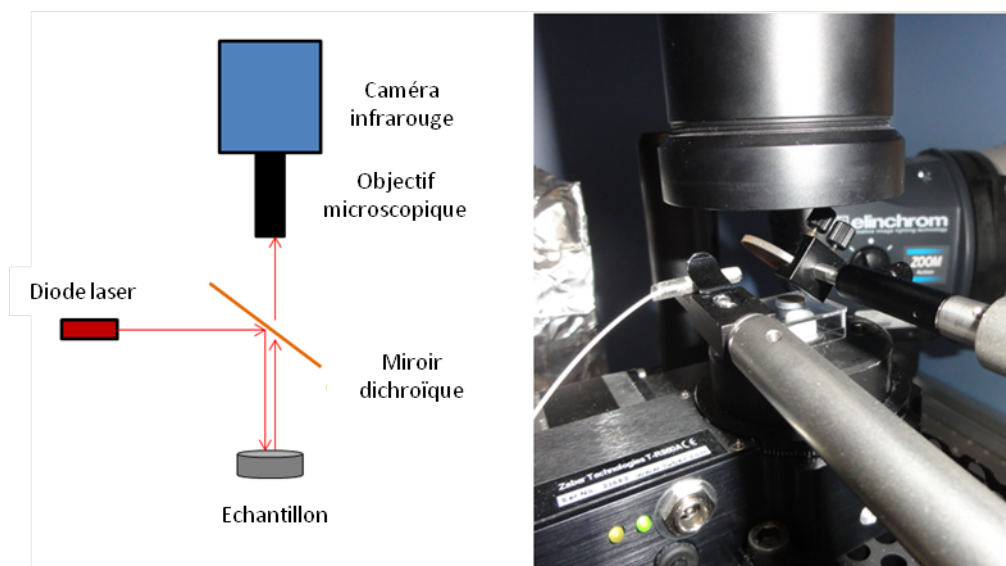


FIGURE 3.14 – Montage expérimental pour l'estimation de propriétés thermiques de la matrice *SiC*

L'utilisation de l'objectif microscopique adapté sur la caméra, couplée avec une excitation flash par une diode laser permet d'obtenir une bonne résolution avec un impact laser centré sur l'image, comme cela est illustré sur la figure 3.15.

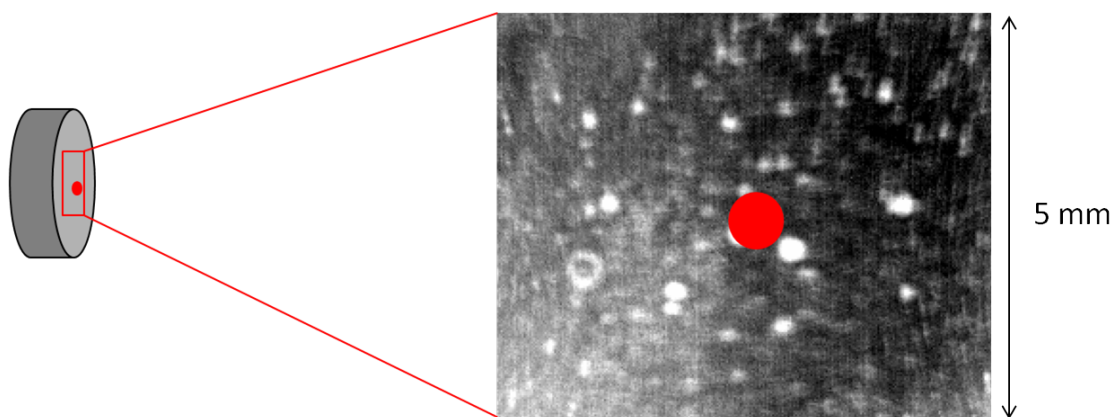


FIGURE 3.15 – Schéma de principe de l'excitation laser : image du plot en graphite revêtu de matrice *SiC* obtenue avec l'objectif microscopique (résolution :  $20 \mu\text{m}/\text{px}$ )

Pour observer assez finement la diffusion de la chaleur à la surface de l'échantillon après une excitation flash, il est nécessaire de travailler à pleine image. Cependant, la caméra étant limitée en fréquence, l'utilisation de la pleine image réduit la fréquence d'acquisition maximale à 150 Hz, correspondant à des temps caractéristiques de l'ordre de la dizaine de millisecondes. Les temps caractéristiques de diffusion pour ces matériaux conducteurs sont inférieurs à la milliseconde. Il a donc été nécessaire de trouver un compromis permettant de travailler à pleine image tout en gardant une fréquence d'acquisition qui autorise l'observation de phénomènes de diffusion thermique.

### 3.2.6 Principe d'hétérodynage

Pour pouvoir caractériser le matériau dans les deux directions du plan, il est nécessaire de mettre en place un dispositif expérimental permettant de travailler à hautes fréquences temporelles ( $> 2,5$  kHz) et à faibles fréquences spatiales ( $< 0,1$  mm). Il est par ailleurs nécessaire que la taille de l'image utilisée contienne à minima un volume représentatif de l'échantillon pour l'obtention de cartographies de diffusivités thermiques cohérentes. Une méthode permet de lever ces deux difficultés : l'hétérodynage [CPBD10]. Son principe repose sur le caractère répétable des méthodes modulées appliquées à la mesure de champs de températures par caméra infrarouge. Cette méthode s'appuie sur la création d'un déphasage entre la fréquence d'excitation modulée  $f_{exc}$  des flashes et la fréquence d'acquisition  $f_{acq}$  de la caméra [Cle10]. Le matériau est excité à intervalles réguliers de manière à ce qu'il atteigne le régime périodique établi, *i.e* que l'élévation de température moyenne s'affranchisse d'une dépendance au temps. Ce phénomène est schématisé sur la figure 3.16.

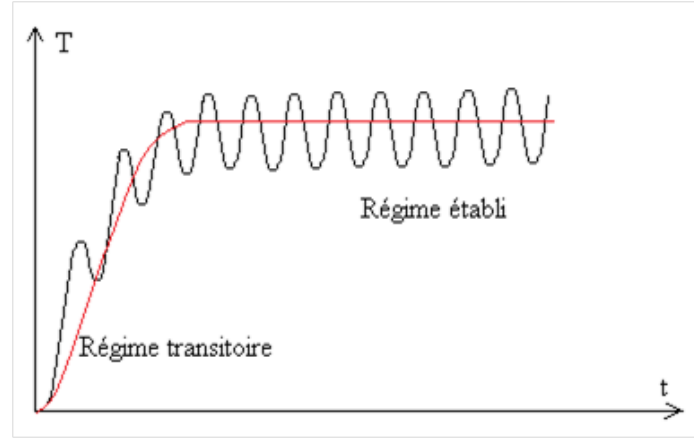


FIGURE 3.16 – Schéma représentatif de l'évolution du régime transitoire au régime établi

Cette méthode est fondée sur la théorie d'Angstrom [WSL99] qui stipule que tout matériau stimulé par une excitation thermique périodique modulée renvoie une réponse thermique modulée. Si le régime périodique est établi, les réponses thermiques sont fortement répétables à l'infini de manière quasi identique. Un moyen simple de reconstituer le signal thermique est de jouer sur le déphasage entre fréquence d'excitation  $f_{exc}$  et d'acquisition  $f_{acq}$  [PCBD11] [CPBD10].

#### Cas du rapport de fréquences entier

La fréquence d'excitation  $f_{exc}$  est strictement proportionnelle à la fréquence d'acquisition  $f_{acq}$  telle que :

$$f_{exc} = k \cdot f_{acq} \quad (3.46)$$

avec  $k$  un entier naturel strictement positif.

Le temps d'intégration de la caméra est considéré infiniment petit devant la période d'excitation. Grâce à cette manipulation, l'acquisition d'un point est faite toutes les  $k$  périodes d'excitation. Le régime périodique étant établi, le même point est obtenu à chaque fois, comme le montre la figure 3.17 :



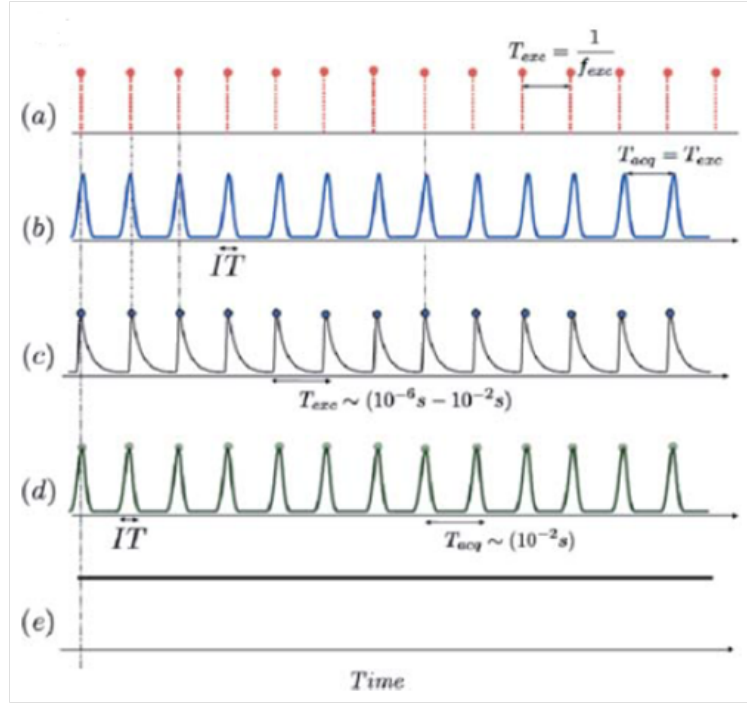


FIGURE 3.17 – Hétérodynage dans le cas d'un rapport de fréquences entier [PCBD11]

#### Cas du rapport de fréquences non-entier

Si l'on s'intéresse au cas où le rapport de fréquence n'est plus entier, la relation entre fréquence d'acquisition et fréquence d'excitation devient :

$$f_{exc} = \left(k + \frac{1}{N}\right) \cdot f_{acq} \quad (3.47)$$

avec  $k$  un entier naturel strictement positif et  $N$  le nombre de points d'acquisition souhaité pour reconstruire le signal d'excitation.

Il est donc désormais possible de décaler la prise d'images par rapport à l'excitation d'un rapport  $\frac{1}{N}$  sur  $N$  points. En ajoutant  $\frac{1}{N}$ , l'acquisition va donc être décalée en avançant dans le temps. Au contraire, en le soustrayant, on remonte dans le temps. La reconstruction du signal par ce déphasage s'appelle l'hétérodynage et est représentée sur la figure 3.18. Grâce à cette méthode, le nombre d'images obtenues peut être fixé sur une certaine période d'acquisition. En d'autres termes, il est désormais possible de choisir le pas de temps voulu pour reconstruire le signal thermique, et d'agrandir la taille de l'image d'acquisition tout en gardant la fréquence nécessaire à l'estimation des paramètres thermiques pixel à pixel.

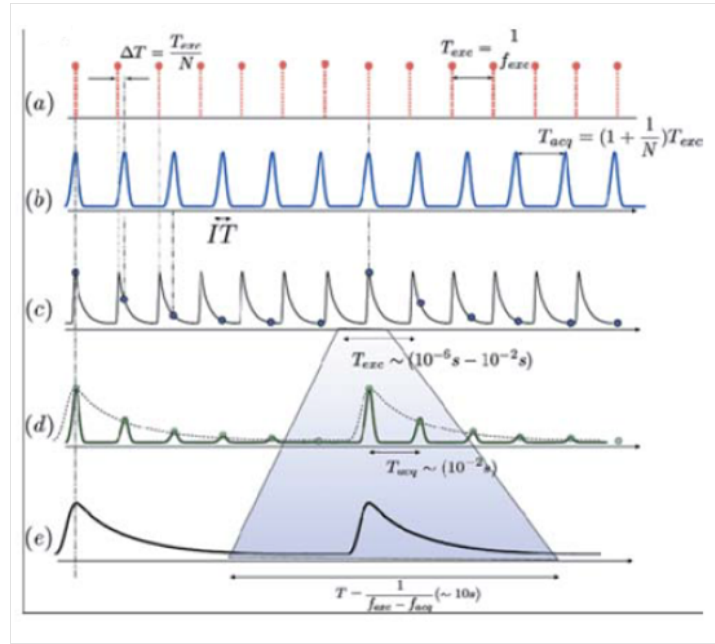


FIGURE 3.18 – Hétérodynage dans le cas d'un rapport de fréquences non-entier [PCBD11]

### Adaptation au dispositif expérimental

Les moyens nécessaires pour mettre en place la technique d'hétérodynage sont adaptés au banc d'essai présenté sur la figure 3.14. Les flashes sont pilotés par un générateur de fréquences (Agilent 33500B double voies synchronisées) et sont déclenchés ponctuellement à une fréquence  $f_{exc}$ . La deuxième voie du générateur de fréquence est reliée à la caméra infrarouge. La fréquence d'acquisition est réglable "à la main" et permet de prendre une série d'images à une fréquence  $f_{acq}$ . Les signaux envoyés sont tous les deux des "pulses", et l'amplitude nécessaire au déclenchement de la caméra est de 3,3 V (en faisant attention à ne pas dépasser 5 V d'amplitude pour ne pas détériorer la caméra). Le banc d'expérience adapté est schématisé sur la figure 3.19.

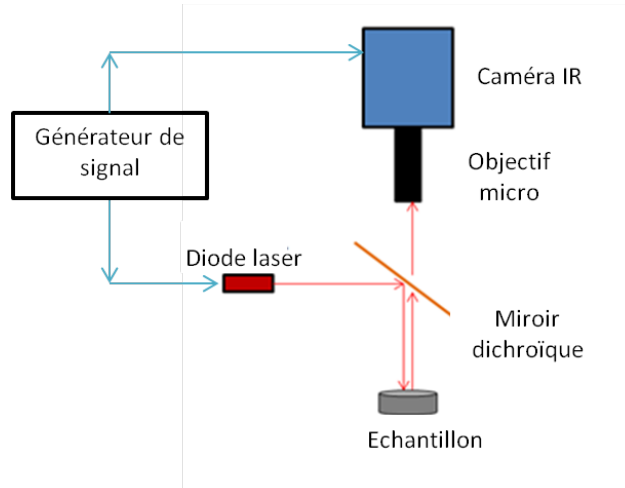


FIGURE 3.19 – Schéma de principe du banc d'expérience adapté

### Essais sur matériau isolant

Le banc d'expériences est testé sur un morceau d'isolant de type "skamol". Le nombre de points choisis est de  $N = 100$ . La fréquence d'acquisition  $f_{acq}$  est de 500 mHz. La fréquence d'excitation sera donc de :

$$f_{exc} = \left(1 + \frac{1}{100}\right) \cdot f_{acq} = 505 \text{ mHz}$$

Avec ces réglages, le temps d'acquisition pour reconstruire le signal thermique sur une période complète est d'une image toutes les 2 secondes pour 100 images, soit 200 secondes par thermogramme entier. Les thermogrammes reconstruits sont présentés sur la figure 3.20. Le signal est bien reconstruit pour des flashes périodiques en face avant sur 100 points.

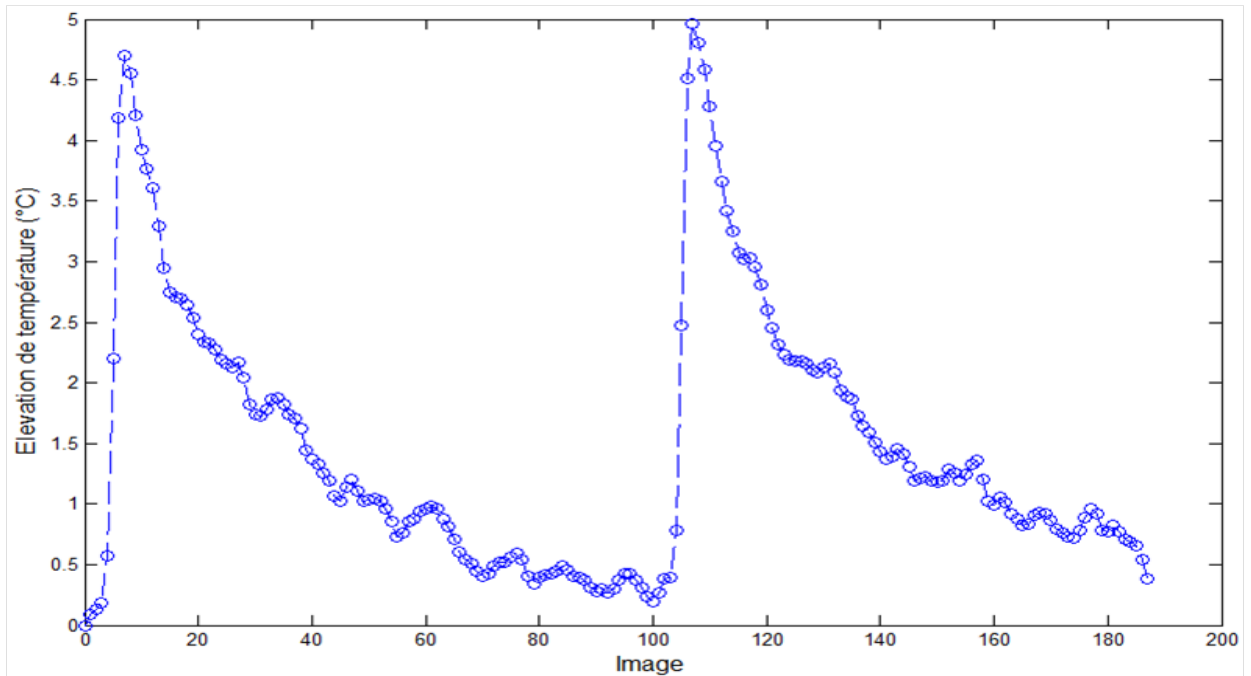


FIGURE 3.20 – Thermogrammes face avant expérimentaux reconstruits grâce à une méthode d'hétérodynage sur isolant (100 images par périodes complètes)

En augmentant ce nombre de points, la fréquence d'acquisition peut donc être choisie. En le fixant par exemple à  $10^5$  points, le pas de temps entre chaque prise de points est de l'ordre de la dizaine de microsecondes, et donc une fréquence équivalente de 10 kHz, bien supérieure aux 2,5 kHz permis par la caméra.

### Application à l'échantillon d'étude

L'effet de l'hétérodynage est double. Il permet en effet :

- d'accroître la précision de notre estimation en augmentant le nombre de points de mesure ;
- de mesurer les propriétés thermiques de la matrice  $SiC$  dans les deux directions du plan en travaillant sur une fenêtre plus large.

En effet, il est désormais possible d'agrandir la taille de l'image sans altérer la fréquence d'acquisition de la caméra, et donc de prendre une image complète à haute fréquence. Le

plot en graphite revêtu d'une couche de carbure de silicium est excité de manière régulière jusqu'à atteindre le régime périodique établi, comme le montre la figure 3.21.

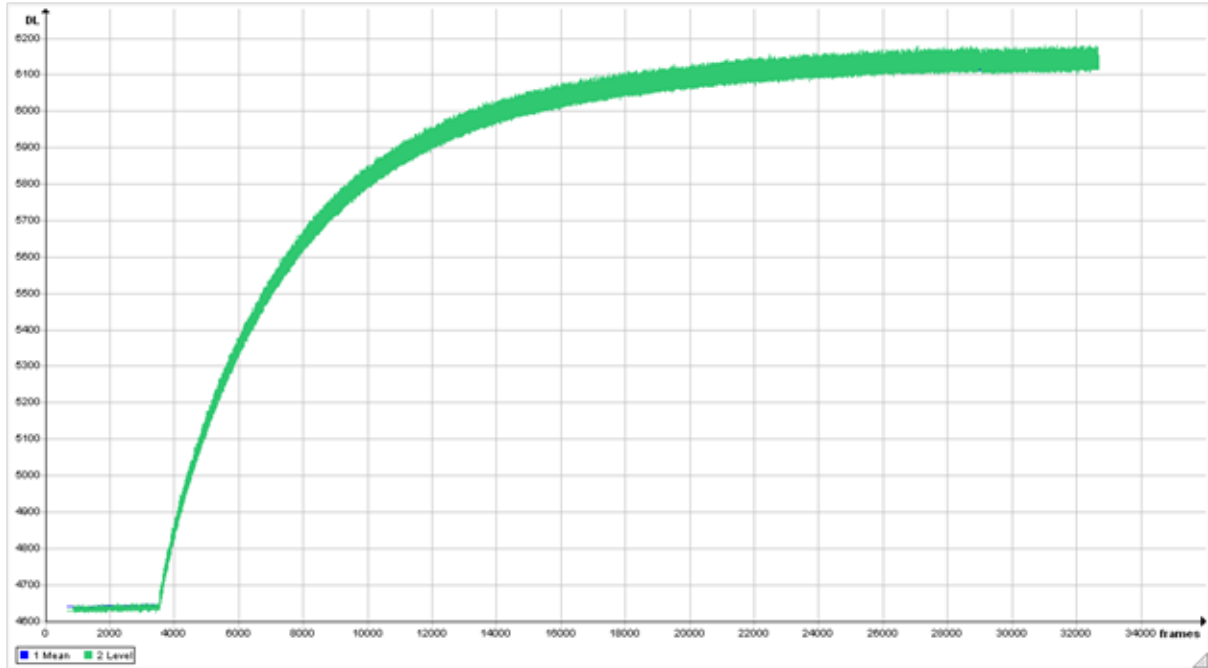


FIGURE 3.21 – Mise en place du régime périodique établi pour la couche de  $SiC$  (image Altair)

Grâce à cette méthode, il est possible de travailler à pleine image avec des fréquences d'acquisition allant jusqu'à 10kHz, soit 10000 images par seconde. L'observation de la diffusion de la chaleur dans le plan sur le dépôt de  $SiC$  est rendue possible, en vue d'estimer ses propriétés thermiques (cf. figure 3.22).

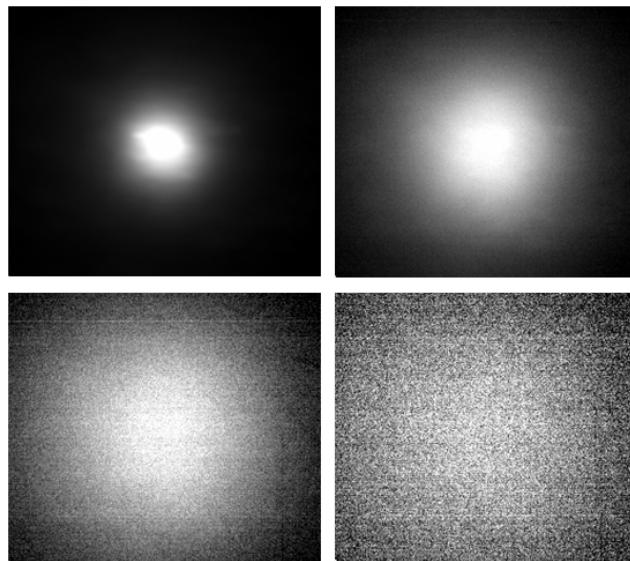


FIGURE 3.22 – Diffusion de la chaleur dans le plan après un spot laser (matrice  $SiC$ )

### 3.2.7 Résultats et discussion

Les diffusivités  $a_x$  et  $a_y$  estimées, représentant les diffusivités dans les deux directions de l'espace, sont orientées selon la figure 3.23.

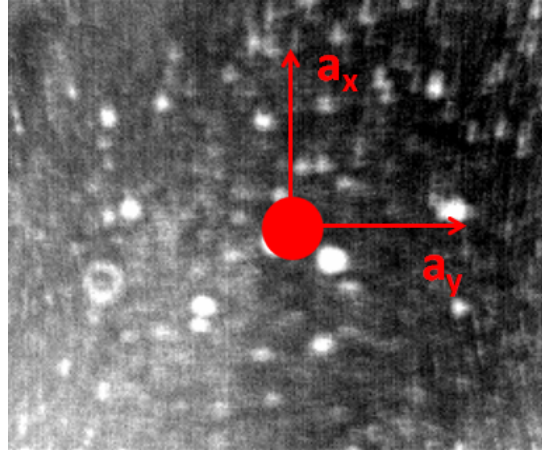


FIGURE 3.23 – Orientations des diffusivités thermiques estimées par méthode SVD et hétérodynage

Le tableau 3.11 rassemble les résultats obtenus pour différents échantillons. La fréquence d'acquisition par hétérodynage choisie est 2 kHz à pleine image (*i.e.* 320\*256 pixels) avec une taille de pixels autorisée par l'objectif microscopique mesurée à 20  $\mu\text{m}$ .

TABLE 3.11 – Diffusivités thermiques estimées dans les deux directions de l'espace

	Echantillon 1		Echantillon 2		Valeur moyenne	Écart-type
$a_x \text{ (mm}^2.\text{s}^{-1}\text{)}$	54.2	52.3	49.9	52.6	52.25	1.77
$a_y \text{ (mm}^2.\text{s}^{-1}\text{)}$	64.4	63.1	66.9	65.5	64.98	1.62

Le rapport d'anisotropie moyen est de 1.24. La matrice de  $SiC$  sera cependant considérée comme homogène isotrope dans les directions du plan. Comme cela a été montré précédemment, le bruit de mesure influe sur le rapport d'anisotropie entre les diffusivités  $a_x$  et  $a_y$  (cf. tableau 3.10). Cette anisotropie semble renforcée par les déformations optiques induites par l'objectif microscopique couplé au miroir dichroïque (comme cela se devine en figure 3.23). Les valeurs estimées sont de  $52.25 \pm 1.77 \text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$  dans la direction  $x$  et de  $64.98 \pm 1.62 \text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$ . La littérature annonce des valeurs de diffusivités thermiques allant de 70 à 200  $\text{mm}^2.\text{s}^{-1}$  à 25 °C [Kat13]. Les diffusivités estimées avec la méthode SVD sont légèrement en dessous de la borne inférieure de l'intervalle proposé par la littérature. Comme cela avait été explicité en premier chapitre, les propriétés thermiques du  $SiC$  dépendent fortement de leur microstructure, de la pureté et de la taille des grains de celui-ci : les résultats semblent donc réalistes.

Dans le reste de l'étude, la diffusivité thermique considérée sera la plus basse des deux qui ont été estimées, le  $SiC$  étant considéré comme thermiquement isotrope. Considérant un  $C_p$  de 680  $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$  à 25 °C et une densité de 3.21, la conductivité thermique peut être déduite à  $113 \pm 4 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ .

### 3.3 Bilan de l'étude des constituants élémentaires

Premièrement, les propriétés thermiques de fibres ont été estimées à travers une méthode innovante sur le banc d'expérience du laboratoire. Les mesures ont été faites à température ambiante, mais ont pour vocation d'être effectuées également à hautes températures dans de futurs travaux.

Ensuite, un modèle d'estimation de propriétés thermiques de la matrice par méthode SVD a été présenté. L'expérience numérique a été reproduite à l'identique sur le banc d'expérience, et validée pour différentes natures d'échantillons. Les difficultés d'ordre fréquentielles (temporelle et spatiale) ont été résolues par l'implémentation de la méthode d'hétérodynage flash laser qui permet d'extraire des données à pleine image et à très haute fréquence.

Ainsi, les propriétés thermiques d'un fin dépôt de  $SiC$  sur un substrat en graphite ont été estimées.

L'estimation des propriétés thermiques des fibres et de la matrice vont maintenant permettre d'alimenter un code de calcul thermique. Ces valeurs serviront de données d'entrée pour modéliser le comportement thermique de la structure gaine.



## Chapitre 4

# Démarche matériau virtuel



## 4.1 Exposé de la méthode

La méthode de maillage se base sur l'utilisation de l'outil GENTOOOL développé par Guillaume COUEGNAT au LCTS [Cou08]. Elle consiste en l'interprétation géométrique de micrographies (figure 4.1) en vue d'obtenir une image seuillée en niveau de gris (figure 4.2) qui pourra ensuite être maillée par la méthode des éléments finis.

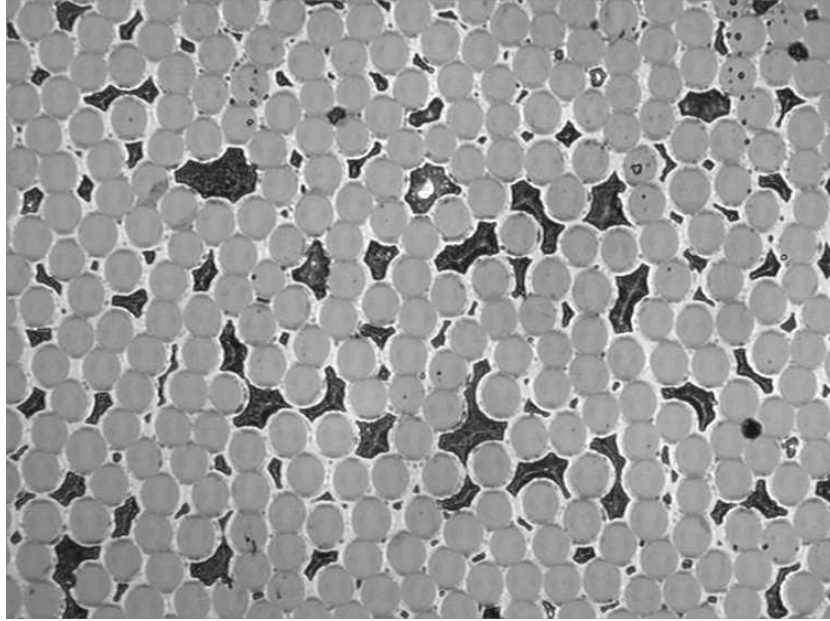


FIGURE 4.1 – Micrographie d'une coupe transverse au sein d'un fil composite [Cou04]

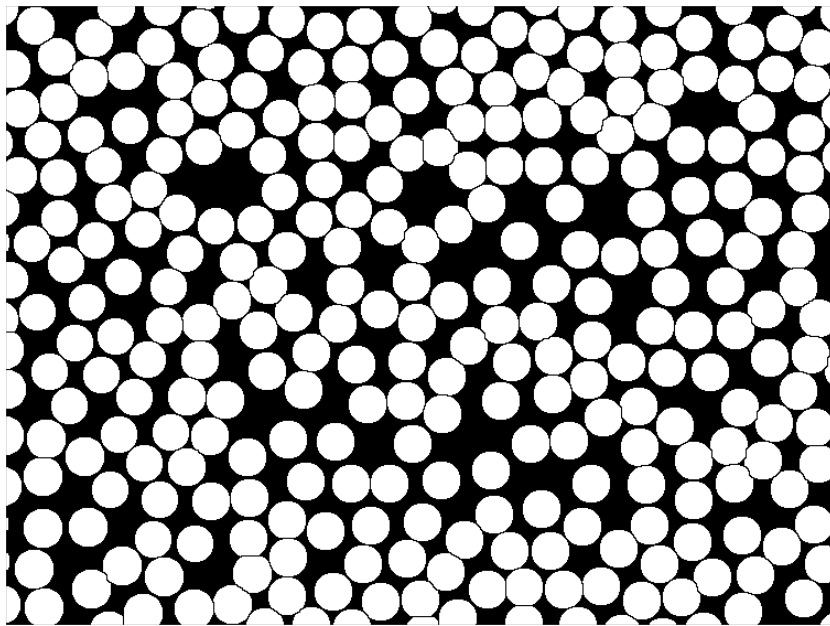


FIGURE 4.2 – Micrographie seuillée d'une coupe transverse au sein d'un fil composite [Cou04]

Dans le cas des CMC, l'interphase PyC et la matrice de  $SiC$  entourant les fibres sont modélisées par des dépôts concentriques à partir de la surface des fibres. La porosité est considérée comme la fraction de volumique vide restante après les dépôt de matrice. A

partir de l'image obtenue, les différentes phases (à savoir les fibres, l'interphase, la matrice et la porosité) sont extraites et seuillées avec un niveau de gris qui leur est propre. Un maillage par éléments finis est ensuite généré via un mailleur bidimensionnel. Les différentes étapes aboutissant au maillage de la microstructure type sont présentées sur figures 4.3 et 4.4.

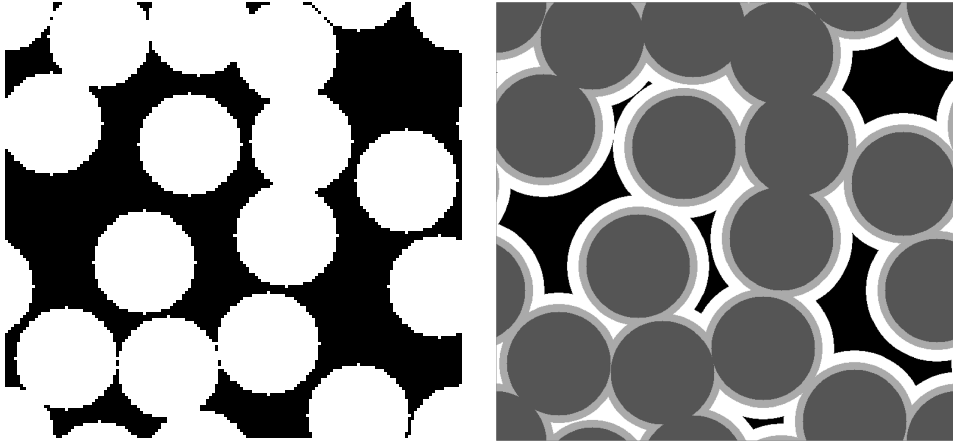


FIGURE 4.3 – Reconstruction des différentes phases au sein du fil à partir de la position des fibres (gris) : l'interphase (gris clair), la matrice (blanc) et les porosités (noir) [Cou04]

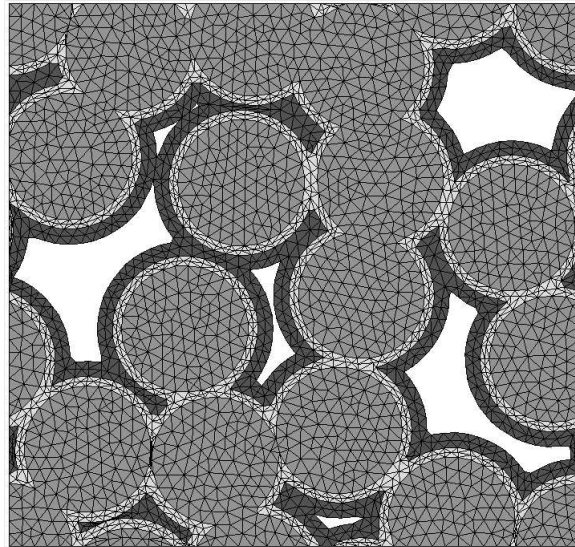


FIGURE 4.4 – Maillage d'une cellule élémentaire d'un fil CMC [Cou04]

Cette méthode, initialement développée pour effectuer des calculs mécaniques sur matériaux composites [Cou08] [Roh13], va être utilisée dans ce travail pour effectuer des calculs thermiques en vue d'estimer les propriétés effectives numériques des matériaux d'étude. Pour ceci, les propriétés thermiques des constituants élémentaires déterminées au chapitre 3 seront renseignées dans le code de calcul ABAQUS.

## 4.2 De la microscopie optique au maillage

### 4.2.1 A l'échelle du fil

La méthode de maillage qui vient d'être présentée est appliquée aux matériaux de notre étude décrits au chapitre 1. Pour obtenir un maillage fidèle à nos morphologies, il convient de choisir comme image initiale des micrographies prises directement à partir de coupes transversales issues de la gaine sandwich. A titre d'exemple, la démarche est ici présentée sur une image représentative de l'agencement des différentes phases dans un fil. Pour obtenir un maillage réaliste, i.e. qui représente parfaitement le matériau étudié, notre démarche s'appuie sur des images de nos matériaux prises au microscope. Ci-dessous, le cas de la couche composite tressée 2D est traité. L'image de départ est présentée à la figure 4.5 (grandissement  $\times 1000$ ).

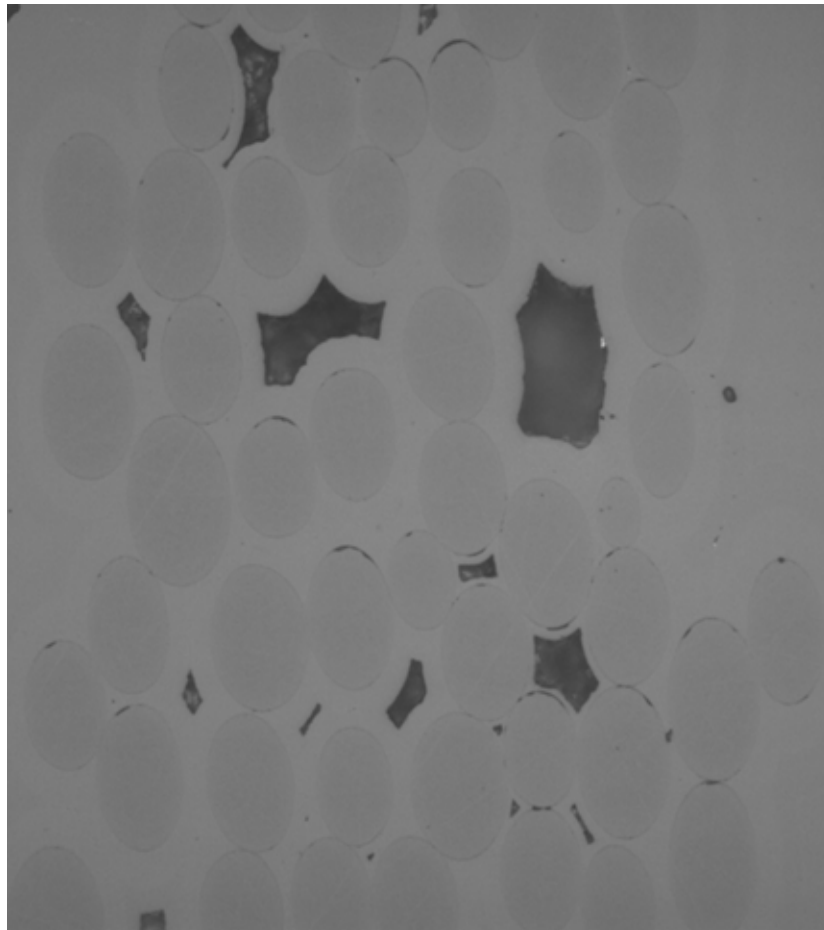


FIGURE 4.5 – Cliché optique d'une section de fil composant la tresse 2D du composite  $SiC_f/SiC$

La direction des fibres n'étant pas colinéaire avec la direction longitudinale (à l'échelle du matériau), les fibres présentent une section elliptique et non circulaire.

#### Hypothèse sur l'interphase de Pyrocarbone entre fibres et matrice

L'interphase est en pyrocarbone et son épaisseur est nanométrique. Les conductivités thermiques équivalentes de l'ensemble fibre / interphase / matrice sont calculées analytiquement par analogie thermo-électrique en prenant en compte les conductivités

thermiques estimées au chapitre 3 ainsi que les distances caractéristiques observées. La conductivité thermique renseignée dans la littérature pour les interphases PyC utilisées pour l'élaboration des matériaux composites à matrice céramiques composant la structure gaine est de  $13.5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  [LHCX<sup>+</sup>08]. Cette valeur correspond à la conductivité thermique dans le sens normal, le pyrocarbone n'étant pas isotrope. Les propriétés thermiques dans le sens parallèle sont a priori bien plus fortes [VWL<sup>+</sup>15]. Le cas présenté est donc le plus défavorable. En l'absence d'interphase, la conductivité équivalente du couple fibre / matrice (prenant en compte un rayon de fibre de  $5\mu\text{m}$  et un dépôt de matrice de  $5\mu\text{m}$ ) est de  $32.5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ . Il convient d'étudier l'impact d'une épaisseur de pyrocarbone entre ces deux phases sur le transfert thermique. Une image MEB intra-fil est présentée à la figure 4.6 sur laquelle l'épaisseur d'interphase peut être estimée.

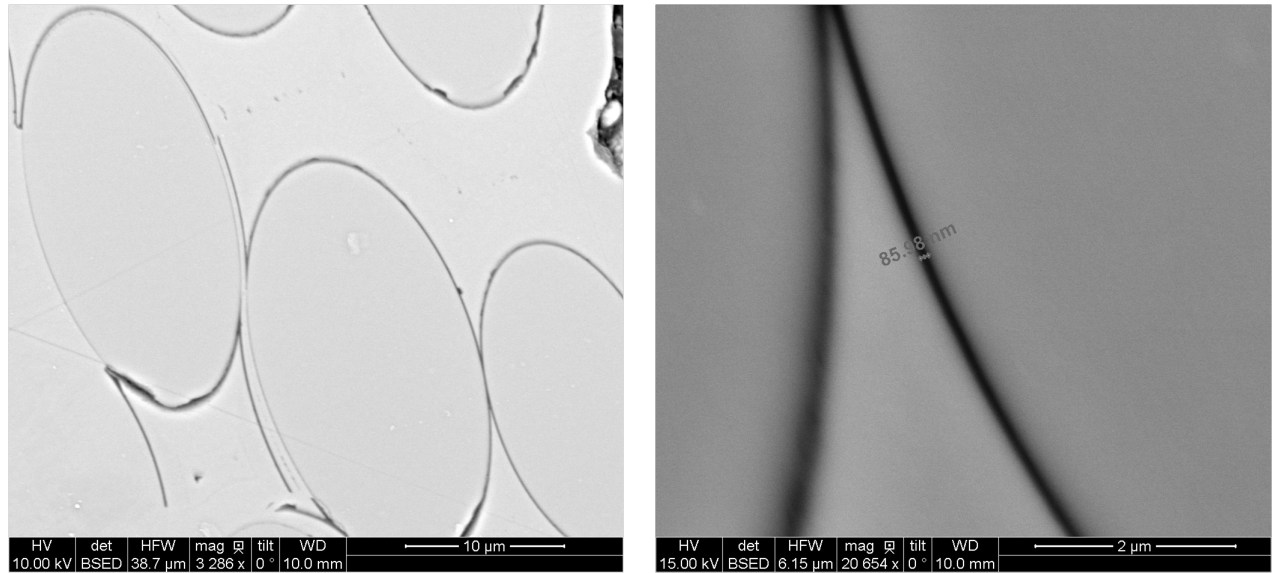


FIGURE 4.6 – Photographie au Microscope Electronique à Balayage (MEB) de l'interphase de pyrocarbone et mesure de l'épaisseur

La photographie 4.6 permet d'évaluer une épaisseur d'interphase inférieure à la centaine de nanomètres. Nous cherchons par conséquent à évaluer l'influence de l'épaisseur de l'interphase en la faisant varier de 10 à 100 nm. Les résultats des calculs de conductivités équivalentes ainsi que l'écart entre les valeurs de conductivités thermiques effectives du couple fibre / matrice, recalculées en fonction de l'épaisseur de l'interphase par rapport à la valeur cible de  $32.53 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  (valeur calculée en absence d'interphase) sont reportés dans le tableau 4.1.

TABLE 4.1 – Étude de l'influence de l'épaisseur de l'interphase sur la conductivité effective du couple fibre / matrice

Epaisseur de l'interphase (nm)	Conductivité calculée $W.m^{-1}.K^{-1}$	Ecart avec la valeur cible (%)
10	32.48	0.14
20	32.44	0.28
30	32.39	0.42
40	32.35	0.56
50	32.30	0.70
60	32.26	0.83
70	32.21	0.97
80	32.17	1.11
90	32.13	1.24
100	32.08	1.38

Quelle que soit l'épaisseur de l'interphase, l'erreur sur le calcul de conductivité effective reste inférieure à 1.5% (avec une erreur maximale de 1.38% pour une épaisseur de PyC de 100 nm). Au vu de ces résultats, l'interphase ne sera pas prise en compte dans la suite des travaux, pas même comme une résistance thermique de contact.

#### Maillage à l'échelle du fil

Nous présenterons dans cette partie les étapes qui mèneront au maillage d'un fil de manière à expliciter la démarche qui permettent de remonter de la micrographie jusqu'aux calculs thermiques.

Grâce aux logiciel de traitement d'image ImageJ, les fibres, la matrice et les porosités intra-fils sont identifiées. L'image issue du cliché optique 4.5 est seuillée en trois niveaux de gris : les fibres en blanc, la matrice en gris et les porosités en noirs. La nouvelle image à présent seuillée est représentée en figure 4.7. Un maillage volumique est ensuite construit à partir de l'image seuillée ; la troisième direction est ici obtenue en "extrudant" l'image dans le sens de son épaisseur, comme cela est illustré sur la figure 4.7 avec une continuité parfaite des éléments aux interfaces fibre / matrice.

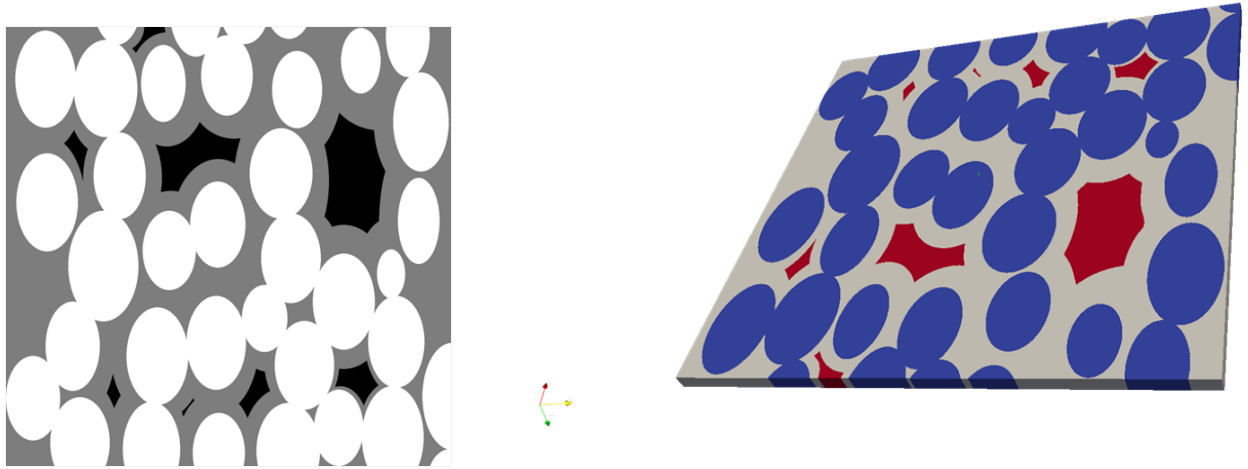


FIGURE 4.7 – Image du fil seillée en trois niveaux de gris (gauche) et maillage 3D du fil généré par gentool (visualisation paraview) (droite)

A plus fort grandissement, le maillage tétraédrique du fil, de la matrice et des porosités est observé en figure 4.8.

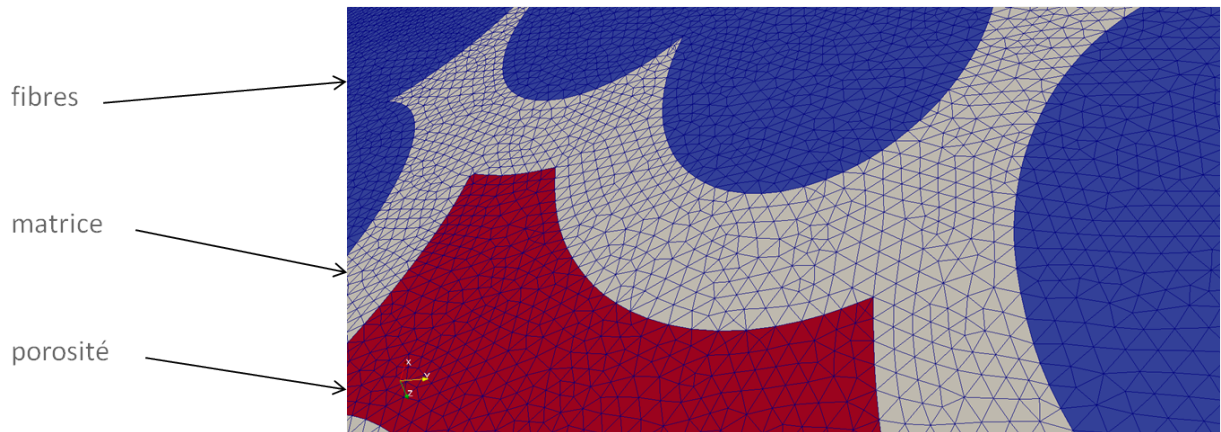


FIGURE 4.8 – Zoom sur le maillage 3D du fil par gentool (visualisation paraview)

#### 4.2.2 A l'échelle d'une tranche de gaine

De la même manière que pour un maillage à l'échelle du fil, une tranche de gaine va désormais être maillée. Pour ce faire, la démarche présentée précédemment va être appliquée sur une image représentative d'une épaisseur totale de gaine sandwich. Cette image contient une couche de tantale intercalée entre une couche de composite en enroulement filamentaire et une couche de composite tressée 2D.

### De la micrographie à l'image seuillée

L'image de départ représentative sur laquelle nous avons travaillé est présentée figure 4.9.

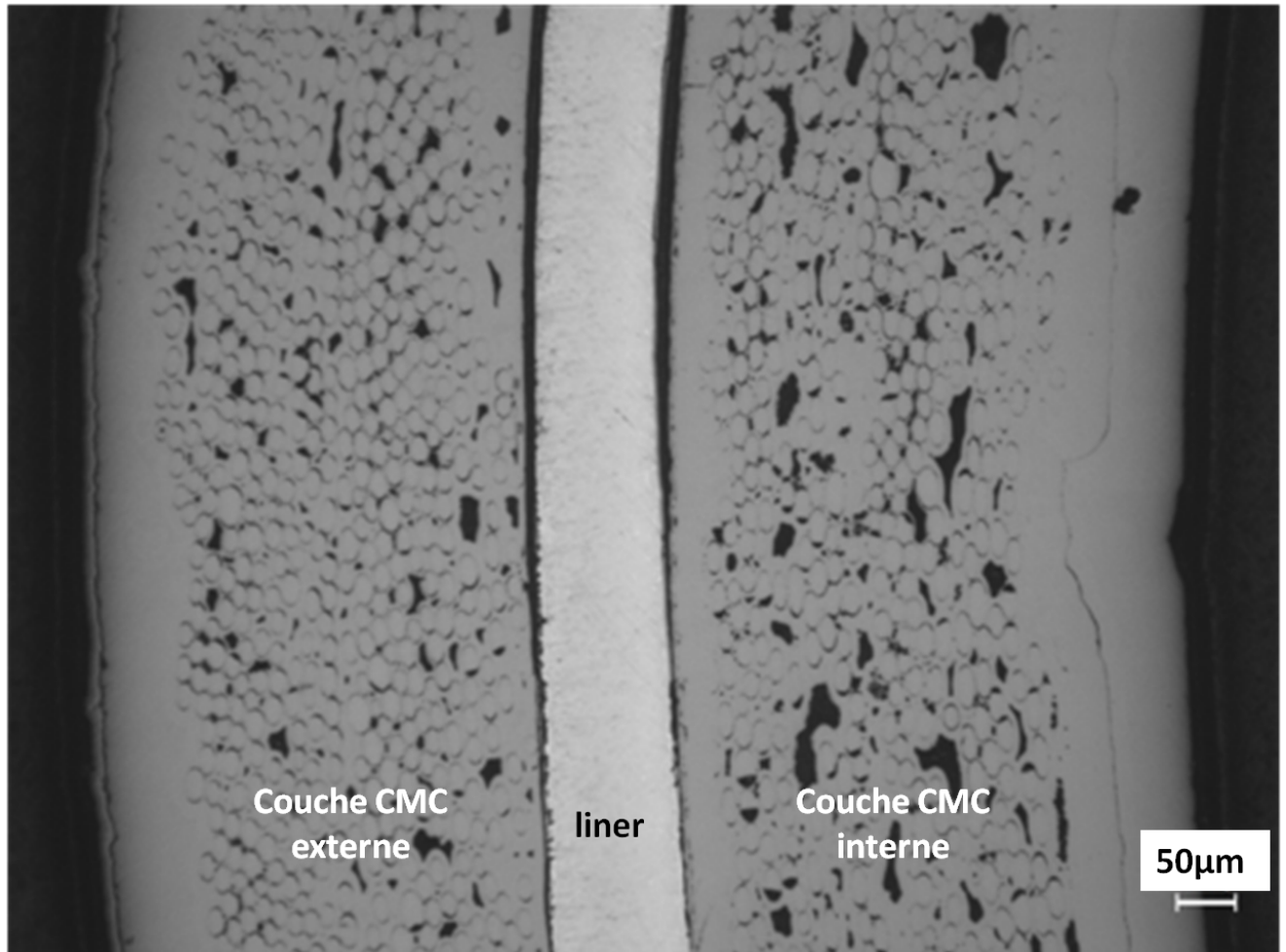


FIGURE 4.9 – Micrographie optique d'une tranche de gaine sandwich

La méthode utilisée précédemment pour obtenir une image seuillée représentative de la micrographie de départ consiste en la superposition d'ellipses dont le centre est celui des fibres. Cette méthode est pratique et efficace dans le cas d'une micrographie à l'échelle du fil puisque le nombre de fibres au sein du fil reste raisonnable. Cependant, sur l'image 4.9, le nombre de fibres représenté est bien trop important et rend cette opération fastidieuse. Pour pallier ce problème, un code de traitement d'image permettant un seuillage a été développé. En effet, au lieu de représenter les fibres par des ellipses directement avec le logiciel de traitement d'image ImageJ, les différentes phases constituant la tranche de gaine seront repassées manuellement avec une couleur qui leur est propre (une couleur différente pour les fibres, la matrice, les porosités et la couche de tantale). Cette image retravaillée est ensuite numérisée pour obtenir une image pixelisée. Ainsi, l'image 4.9 est représentée dans un premier temps par l'image 4.10.

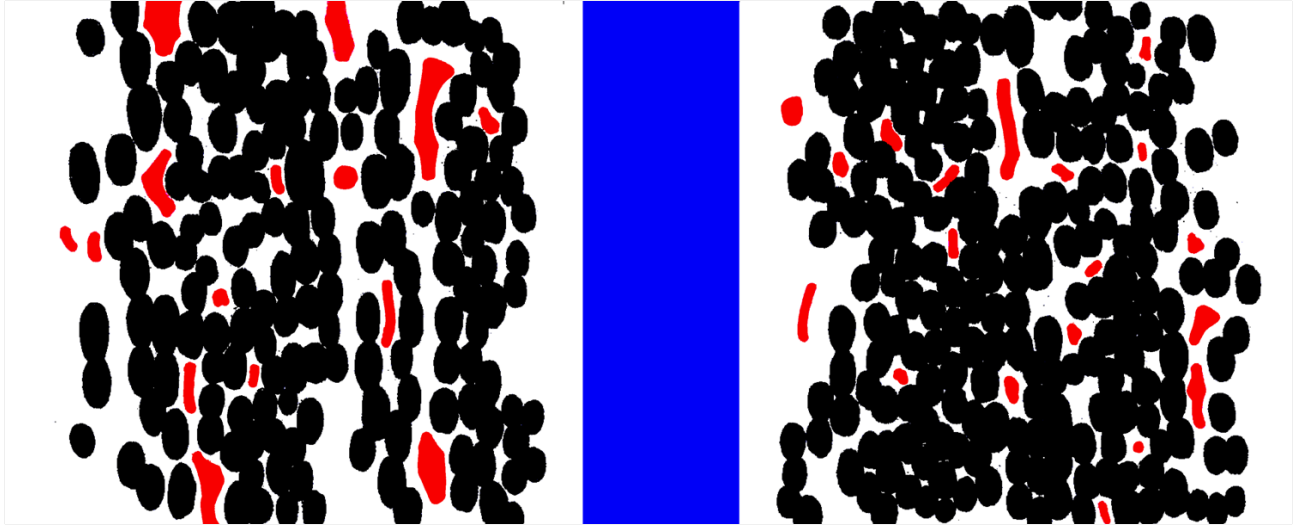


FIGURE 4.10 – Réinterprétation d'une micrographie optique d'une tranche de gaine sandwich (fibres en noir, matrice en blanc, porosité en rouge et liner en bleu)

L'image de la figure 4.10 est seuillée en quatre valeurs niveaux de gris (figure 4.11). Pour ce faire, une valeur allant de 0 à 255 est attribuée à chaque pixel en fonction de sa phase.

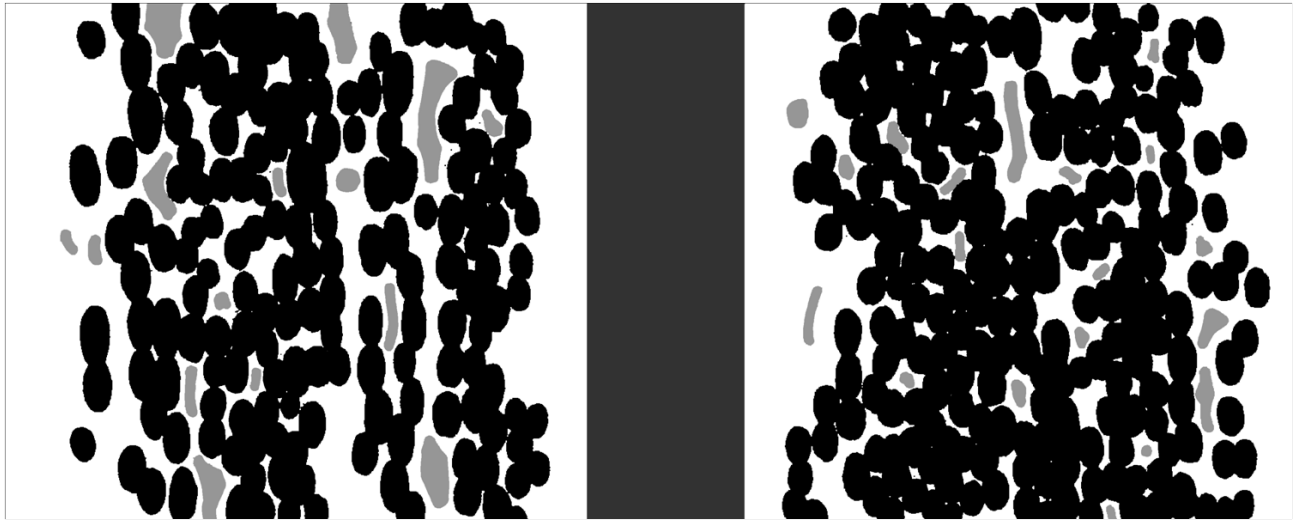


FIGURE 4.11 – Seuillage d'une micrographie optique d'une tranche de gaine sandwich

Cependant, l'image obtenue avec cette méthode est entachée de pixels isolés, non rattachés à leur phase d'origine. Ces anomalies correspondent à des artefacts de préparation. Des exemples de décalages de pixels sont présentés sur la figure 4.12. Ces anomalies rendent impossible l'opération de maillage à partir l'image seuillée. En effet, mailler un pixel isolé revient à créer des éléments de surface nulle. Avec la méthode utilisée, il faut donc s'assurer que ces anomalies soient corrigées afin de pouvoir envisager le maillage de la microstructure de départ (figure 4.9).





FIGURE 4.12 – Mise en évidence d’anomalies lors du seuillage de la micrographie optique d’une tranche de gaine sandwich

#### Traitement de l’image seuillée

Pour obtenir une image seuillée qui puisse être maillée, un code de traitement d’image est développé pour éliminer les pixels ou groupes de pixels isolés. L’algorithme mise en place pour améliorer l’image de départ obéit aux règles suivantes :

- Si le pixel est d’une couleur différente de son voisin de gauche et de son voisin de droite, la couleur de son voisin de gauche lui est attribuée ;
- Si la couleur de ce pixel est d’une couleur différente de son voisin de gauche, égale à celle de son voisin de droite mais différente de celle du voisin de son voisin de droite, la couleur de son voisin de gauche lui est aussi attribuée ;
- Si le pixel est d’une couleur différente de son voisin du haut et de son voisin du bas, la couleur de son voisin du haut lui est attribuée ;
- Si la couleur de ce pixel est d’une couleur différente de son voisin du haut, égale à celle de son voisin du bas mais différente de celle du voisin de son voisin du bas, la couleur de son voisin du haut lui est aussi attribuée ;

Quelques exemples d’élimination de pixels isolés sont présentés sur les figures 4.13 et 4.14. Dans le premier cas, un pixel noir est seul autour de pixel blanc, celui-ci se voit donc attribuer la couleur blanche.

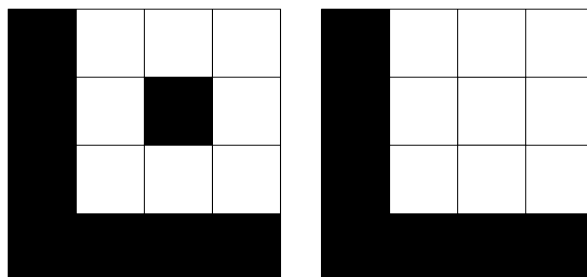


FIGURE 4.13 – Traitement d’image par élimination de pixels isolés : cas du pixel seul

Dans le second cas, un groupe de trois pixels est esseulé. la première étape consiste en l'élimination du pixel noir puisqu'il n'a pas la même couleur que son pixel le plus proche d'un côté et le deuxième plus proche de l'autre côté. La deuxième opération devient plus simple avec la présence de deux pixels noirs esseulés qui se verront donc attribuer la couleur de ses deux plus proches voisins, à savoir la couleur blanche.

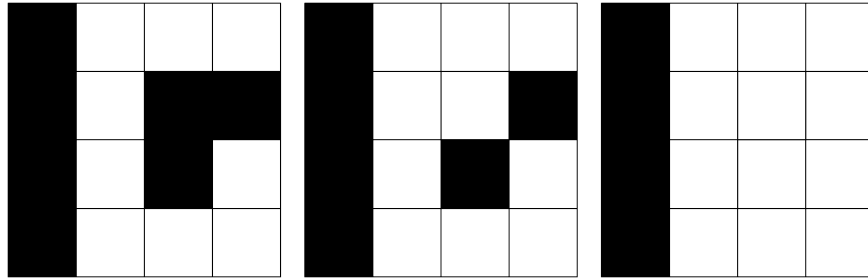


FIGURE 4.14 – Traitement d'image par élimination de pixels isolés : cas d'un groupe de pixels seuls

Cette méthode de traitement d'image est bien sûr sommaire et est largement optimisable, cependant dans le cadre de l'étude elle semble suffisante. En effet, cet algorithme a pour effet d'uniformiser les phases en supprimant les pixels isolés. Notamment, la figure 4.12 avant traitement devient après traitement exploitable, comme le montre la figure 4.15.



FIGURE 4.15 – Suppression des anomalies lors du seuillage de la micrographie optique d'une tranche de gaine sandwich

Finalement, la tranche de gaine retravaillée comme illustré sur la figure 4.16 peut à présent être maillée.

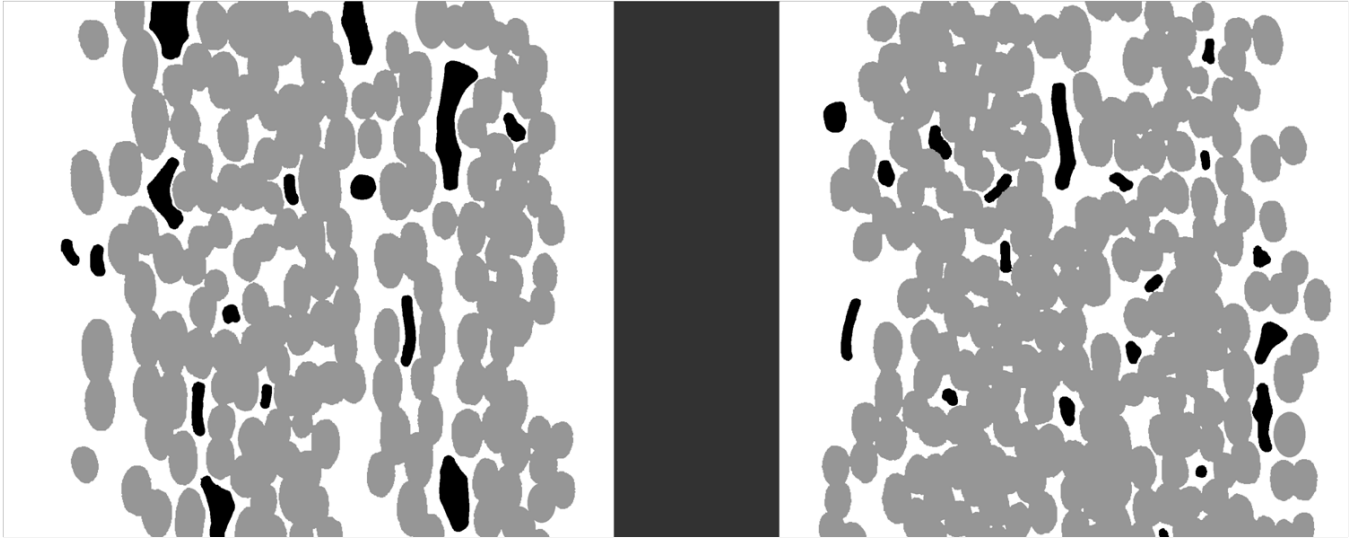


FIGURE 4.16 – Seuillage d’une micrographie optique d’une tranche de gaine sandwich

#### Maillage de la tranche de gaine

La même méthode que celle utilisée sur les fibres est appliquée à l’image seuillée retravaillée représentant une tranche de gaine. Elle comprend donc la représentation du liner en tantale pris en sandwich entre les deux couches de composite : une couche d’enroulement filamentaire interne ainsi qu’une couche de tressage 2D. Le maillage à l’échelle de la tranche de gaine est représenté à la figure 4.17, chaque couleurs représentant une phase de celle-ci (tantale en vert, fibres en bleu, matrice en rouge et porosités en violet).

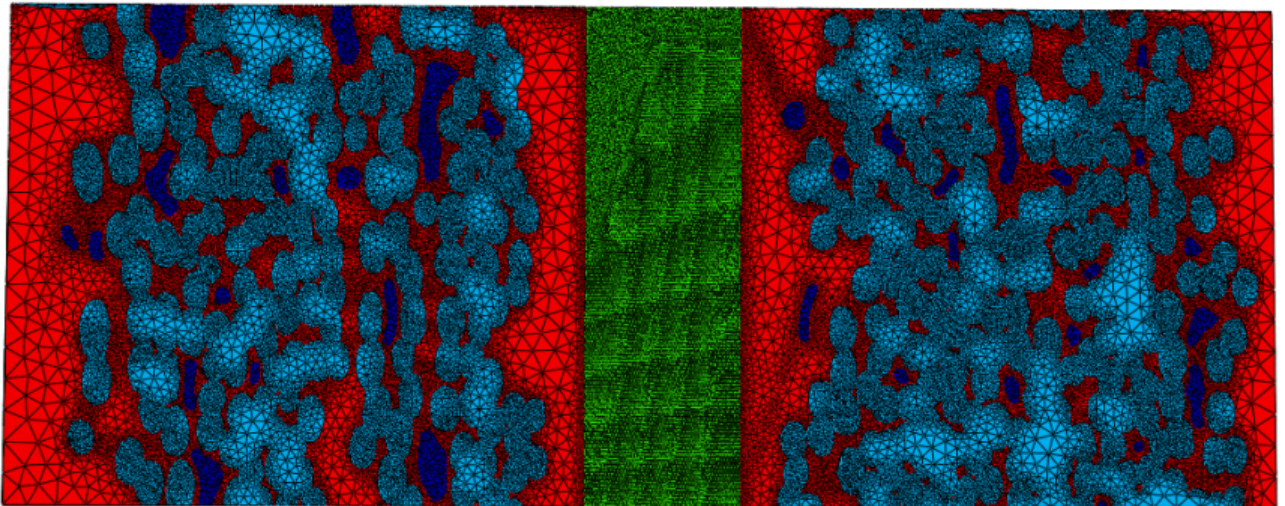


FIGURE 4.17 – Maillage d’une tranche de gaine sandwich

### 4.3 Calcul de propriétés effectives en régime stationnaire

Les maillages tétraédriques réalisés suivant les méthodes développées par G.Couégnat [Cou08] sont maintenant implémentés sous le code de calcul ABAQUS. Ce code de calcul, initialement développé pour faire des calculs mécaniques, permet de calculer les propriétés thermiques effectives d'un groupe d'éléments ainsi que d'étudier leur comportement thermocinétique.

#### 4.3.1 Analyse théorique

Comme cela a été explicité dans le chapitre 1, l'obtention de propriétés effectives dans les différentes directions de l'espace repose sur la résolution de l'équation de la chaleur en régime stationnaire *via* une étude de corrélation flux/force. En effet, en imposant un gradient de température constant (*i.e.*  $\partial_t T = 0$ ), résoudre l'équation revient à résoudre la loi de Fourier en conditions stationnaires :

$$\nabla \cdot (-\lambda \vec{\nabla} T) = 0 \quad (4.1)$$

avec les conditions aux limites  $T(x=0) = T_f$ ,  $T(x=L_x) = T_c$ ,  $T(y=0) = T(y=L_y)$ ,  $T(z=0) = T(z=L_z)$  où  $L_x$ ,  $L_y$  et  $L_z$  correspondent aux dimensions d'étude dans les directions  $x$ ,  $y$  et  $z$  de l'espace cartésien. On obtient alors un flux moyen pour chaque paire de faces. Une ligne du tenseur de conductivité effective est alors obtenue par :

$$\lambda_{xx} = \frac{\langle \varphi_x \rangle_{n_x} \cdot L_x}{T_c - T_f} \lambda_{xy} = \frac{\langle \varphi_y \rangle_{n_y} \cdot L_x}{T_c - T_f} \lambda_{xz} = \frac{\langle \varphi_z \rangle_{n_z} \cdot L_x}{T_c - T_f} \quad (4.2)$$

où  $\langle \cdot \rangle_{n_x}$  est la moyenne sur la face de normale  $n_x$ . Pour obtenir le tenseur des conductivités complet, on procède de même pour les deux autres lignes du tenseur par permutation des indices  $x$ ,  $y$  et  $z$ . Le schéma de principe de la méthode employée est présenté à la figure 4.18.

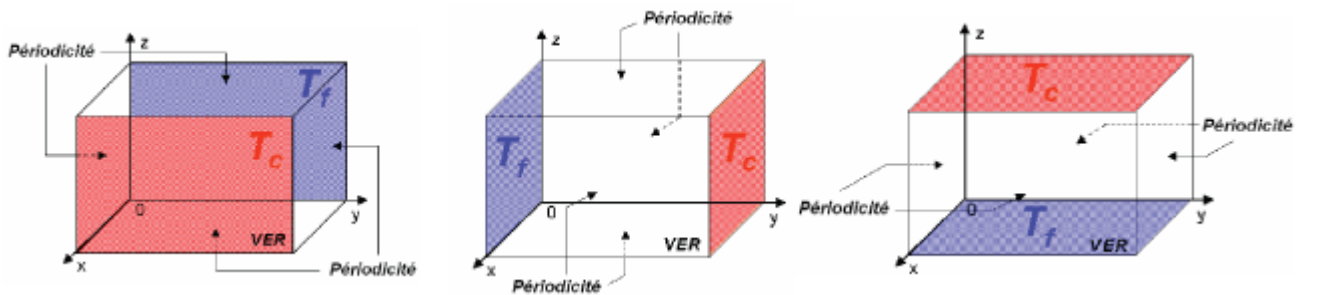


FIGURE 4.18 – Représentation des trois expériences à réaliser pour déterminer l'ensemble des composantes du tenseur de conductivités [Lor07]

#### 4.3.2 Résultats à l'échelle de la gaine

La méthode de corrélation flux/force présentée sur la figure 4.18 a été appliquée afin de réaliser les calculs des propriétés thermiques effectives à l'échelle d'une tranche de gaine.



A titre d'exemple, l'image seuillée de la figure 4.16 est maillée grâce à l'outil GENTOOOL (cf. figure 4.17). Les champs de température dans les différentes directions radiale et transverse de l'espace sont représentés sur les figures 4.19 et 4.20.

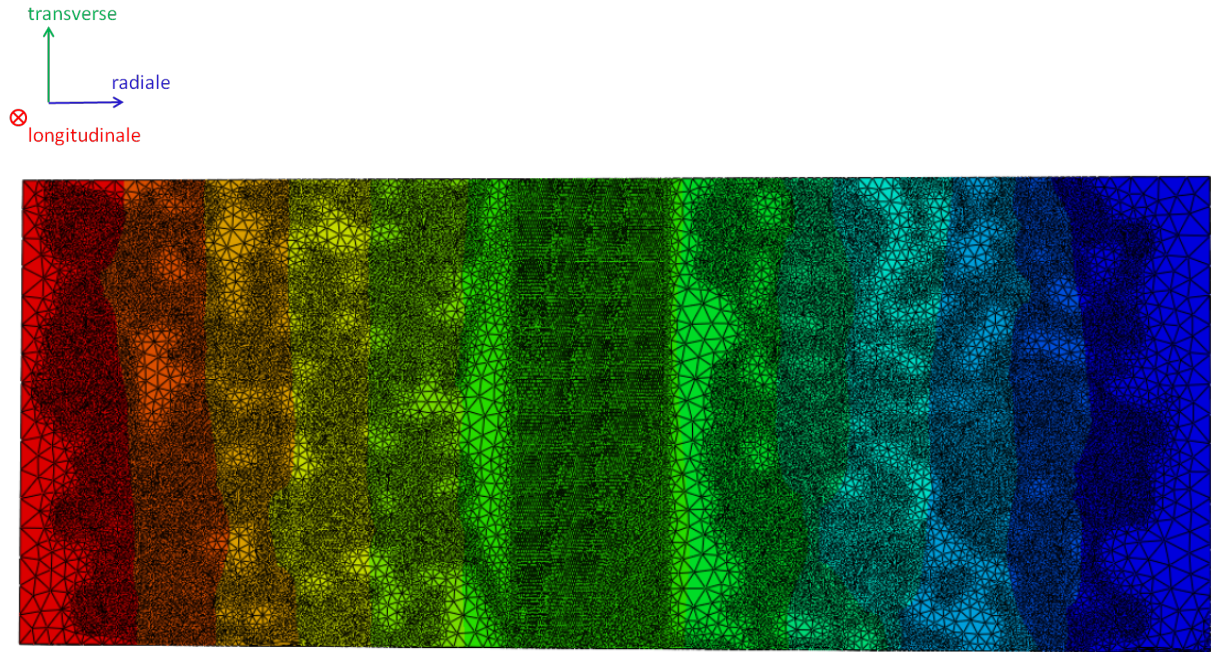


FIGURE 4.19 – Champs de température en régime stationnaire à l'échelle d'une tranche de gaine (transfert radial)

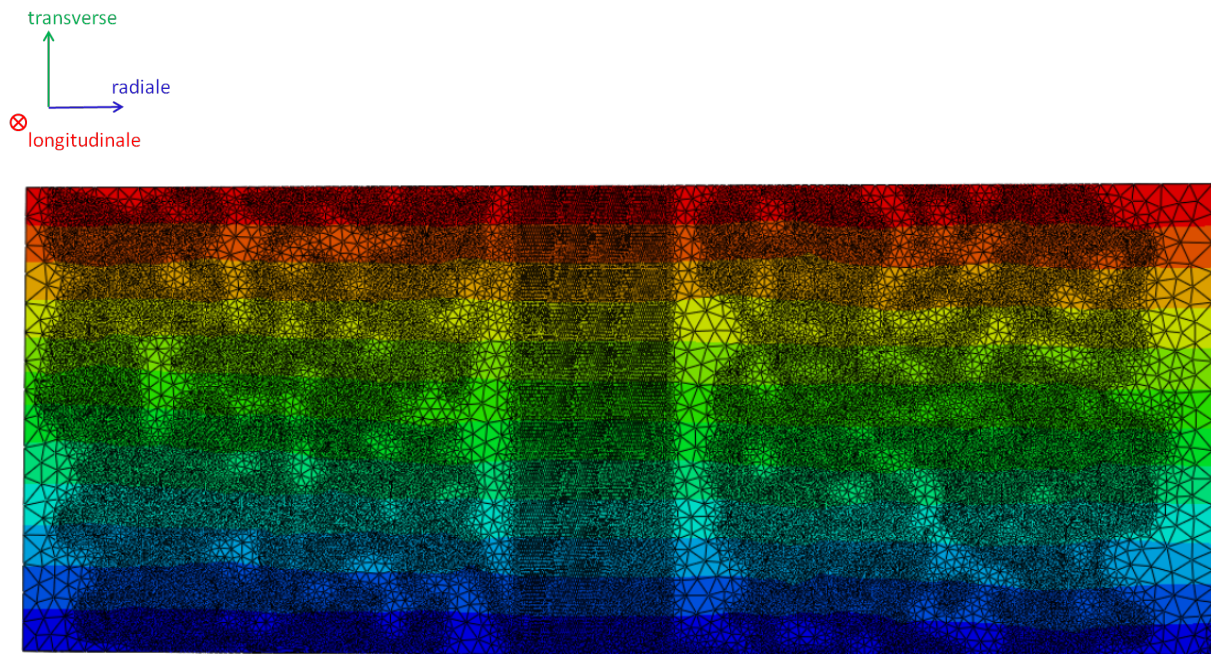


FIGURE 4.20 – Champs de température en régime stationnaire à l'échelle d'une tranche de gaine (transfert transverse)

Les résultats obtenus sur différents maillages sont résumés dans le tableau 4.2. Les conductivités présentées sont exprimées en  $W.m^{-1}.K^{-1}$ .

TABLE 4.2 – Bilan des conductivités effectives calculées sur une tranche de gaine dans les directions radiale, transverse et longitudinale en  $W.m^{-1}.K^{-1}$

Echantillon d'étude	Conductivité radiale	Conductivité transverse	Conductivité longitudinale
1	33.20	50.32	56.95
2	32.12	50.77	57.65
3	31.81	50.55	57.26
4	32.01	50.67	57.38
5	34.10	50.80	57.90
Bilan	$32.85 \pm 0.94$	$50.62 \pm 0.20$	$57.43 \pm 0.36$

Les conductivités thermiques moyennes calculées à partir de cinq images, sont de  $32.85 \pm 0.94 W.m^{-1}.K^{-1}$  dans le sens radial,  $50.62 \pm 0.20 W.m^{-1}.K^{-1}$  dans le sens transverse et  $57.43 \pm 0.36 W.m^{-1}.K^{-1}$  dans le sens longitudinal. Les conductivités thermiques calculées sont plus importantes dans les sens transverse et longitudinal que dans le sens radial (avec un gain de l'ordre de 50%). Cet écart est attribué au fait que dans le sens radial, le transfert de chaleur s'opère en traversant les différentes couches composant la gaine les unes après les autres. De ce fait, une forte concentration de fibres, dont la conductivité est plus faible que celles de la matrice et du tantale, amortit le transfert thermique. Ceci a pour conséquence d'abaisser la conductivité effective de la gaine. Au contraire, dans les directions longitudinale et transverse, la chaleur aura tendance à se propager plus facilement. Les zones continues de constituants de fortes conductivités agissent donc comme pont thermique, ce qui aura pour conséquence d'élever la conductivité thermique effective de la gaine.

## 4.4 Étude du comportement thermique en régime instationnaire

Le code de calcul ABAQUS va désormais être utilisé pour décrire le comportement thermique de notre échantillon en régime instationnaire. Contrairement à l'étude en régime stationnaire, l'objectif est ici d'évaluer la réponse temporelle de l'échantillon soumis à une excitation flash de manière à confronter les résultats à ceux obtenus expérimentalement.

### 4.4.1 Démarche et validation sur un échantillon homogène

Pour reproduire une excitation flash avec ABAQUS, il suffit de renseigner le domaine temporel sur lequel une température chaude sera imposée sur une face du matériau (dans la pratique fixé à  $1^\circ C$ ). Théoriquement, l'excitation flash est décrite comme un Dirac en temps. Pratiquement, il est possible d'exciter au mieux sur un pas de temps. Pour respecter l'hypothèse de transfert 1D émise au chapitre 2, toutes les faces autres que la face chaude et sa face opposée sont imposées adiabatiques. De plus, le flux est considéré nul à l'opposé de la face chaude. Avant d'étudier le comportement thermique instationnaire à l'échelle de la gaine, il convient de valider la méthode employée. Pour cela, l'échantillon

choisi est une barre d'aluminium homogène isotrope d'une longueur de 10 cm. Pour cela, les propriétés de l'aluminium prises en compte sont :

- une conductivité de  $170 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ;
- une densité de 2.7;
- une capacité thermique de  $950 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ;
- une diffusivité thermique déduite de  $66.28 \text{ mm}^2.\text{s}^{-1}$ .

L'échantillon est soumis à une excitation flash, et son comportement en relaxation thermique est ensuite étudié. Les réponses temporelles en température de chaque noeud du maillage représenté en figure 4.21 sont présentées sur la figure 4.22.

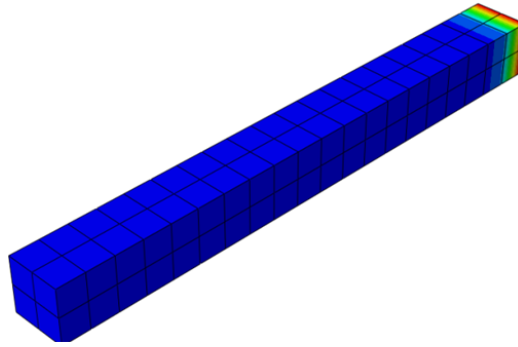


FIGURE 4.21 – Transfert de chaleur en régime instationnaire sur une barre d'aluminium

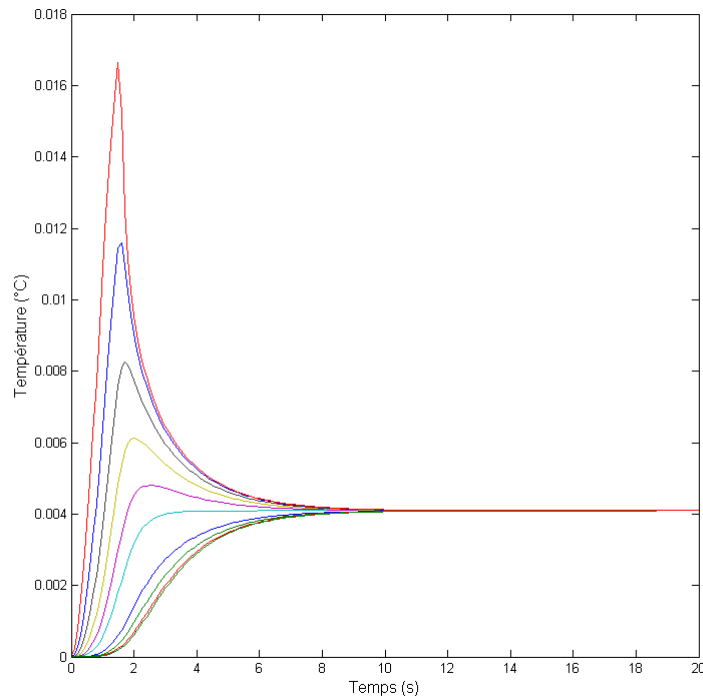


FIGURE 4.22 – Evolution temporelle de la température en chaque noeud du maillage

Les thermogrammes faces avant et arrière sont ensuite récupérés. Ils correspondent à l'évolution temporelle de la température du côté de l'excitation thermique et de la face opposée (figure 4.23).

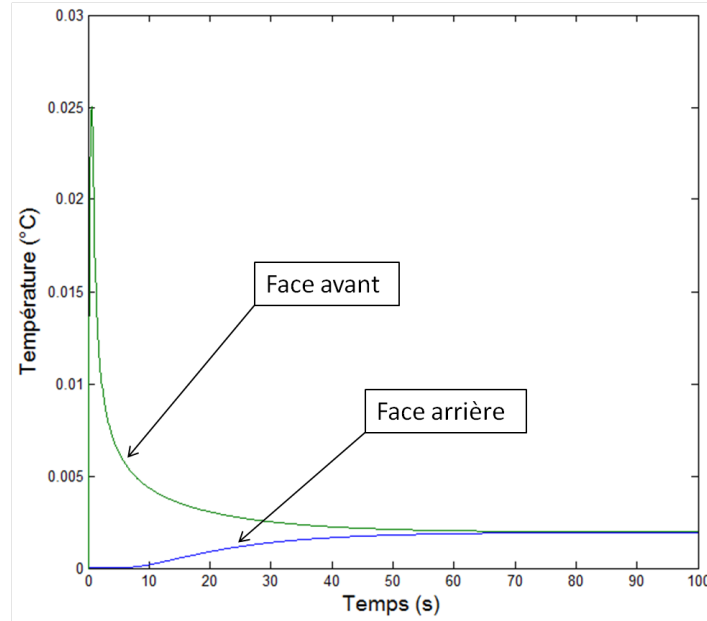


FIGURE 4.23 – Thermogrammes faces avant et arrière numériques sur une barre d'aluminium de 10 cm

Le paramètre "diffusivité thermique" est estimé grâce à deux méthodes :

- avec la méthode de Parker, à partir du temps de demi-montée  $t_{1/2}$  tel que  $a = 0.139 \frac{e^2}{t_{1/2}}$  [PJBA61] ;
- en minimisant l'intégralité du signal avec les solutions analytiques par séries de Fourier.

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 4.3.

TABLE 4.3 – Identification de la diffusivité thermique pour la validation de la méthode flash numérique avec ABAQUS

Modèle d'identification de la diffusivité	diffusivité estimée $mm^2.s^{-1}$	Ecart avec la valeur cible (%)
Parker	65.57	1.07
Fourier	65.37	1.37

La diffusivité thermique estimée étant suffisamment proche de la valeur cible (avec un écart inférieur à 1.5%), il est donc raisonnable d'utiliser la méthode employée pour modéliser une expérience flash.

#### 4.4.2 Confrontation aux couches composites interne et externe

Les résultats numériques obtenus à partir de micrographies de nos matériaux vont à présent être confrontés aux résultats expérimentaux obtenus au chapitre 2 pour les couches composites interne élaborée par enroulement filamentaire et externe obtenue par tressage. Les propriétés thermiques des constituants élémentaires de ces deux couches sont résumées dans le tableau 4.4.



TABLE 4.4 – Propriétés des constituants élémentaires des couches composites

Constituant élémentaire des couches de CMC	Conductivité thermique $W.m^{-1}.K^{-1}$	Masse volumique $kg.m^{-3}$	Capacité thermique $J.kg^{-1}.K^{-1}$	Diffusivité thermique $mm^2.s^{-1}$
Fibre ( $SiC$ )	19	3100	680	9
Matrice ( $SiC$ )	113	3100	680	52
porosité (air)	0.0262	1	1004	27

#### Couche composite d'enroulement filamentaire

A partir de la micrographie présentée sur la figure 4.24, l'image numérique est générée. Des calculs thermiques en régime instationnaire sont ensuite effectués et les résultats confrontés aux thermogrammes expérimentaux obtenus au chapitre 2.

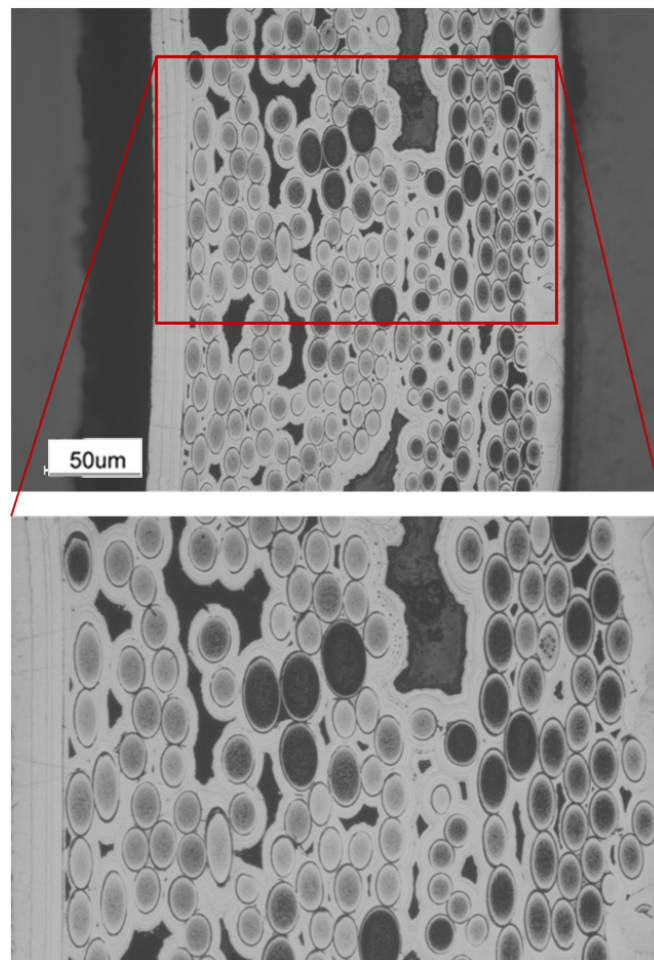


FIGURE 4.24 – Micrographie d'une coupe de la couche composite interne élaborée par enroulement filamentaire

Les thermogrammes face avant et face arrière simulés sont confrontés aux thermogrammes face avant et face arrière expérimentaux obtenus sur la couche composite interne, prise indépendamment des autres. Ceux-ci sont présentés à la figure 4.26.

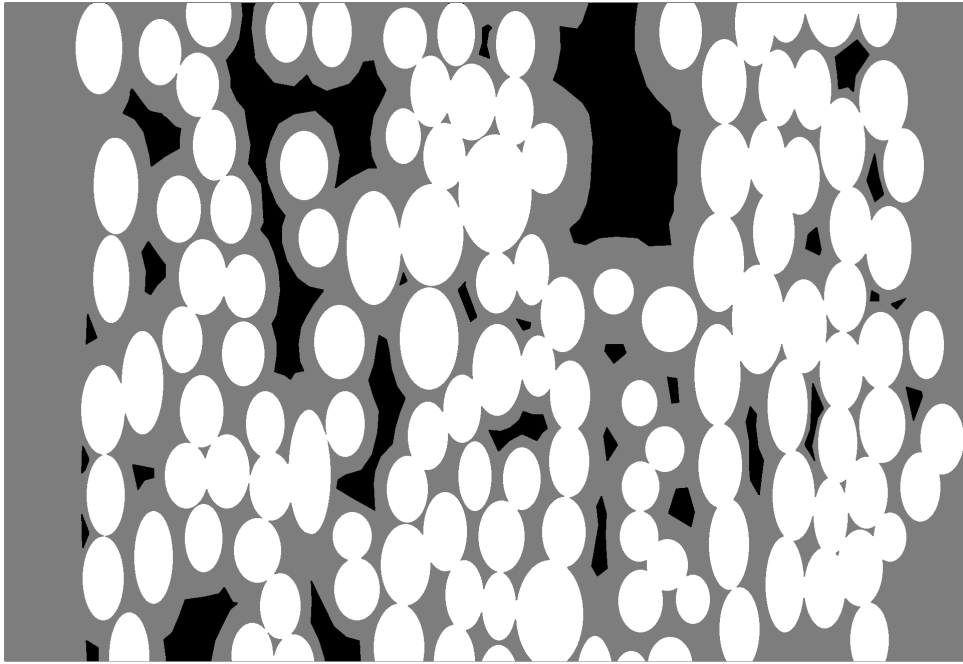


FIGURE 4.25 – Image seuillée à partir de la micrographie de départ

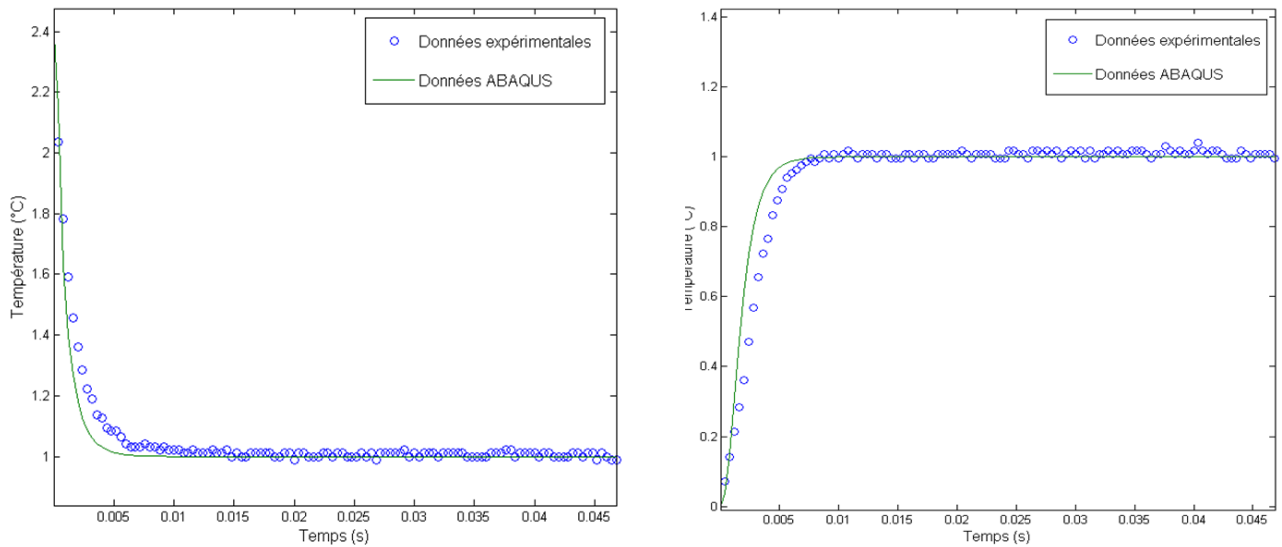


FIGURE 4.26 – Confrontation des thermogrammes expérimentaux et simulés en face avant (gauche) et face arrière (droite)

Les résultats numériques obtenus sont en assez bon accord avec l'expérience. Ceux-ci seront discutés dans la suite de l'étude.

#### Couche composite de tissage

Les résultats sur la couche de composite externe sont obtenus de la même façon que précédemment. L'image seuillée utilisée pour effectuer les calculs thermiques est présentée à la figure 4.27

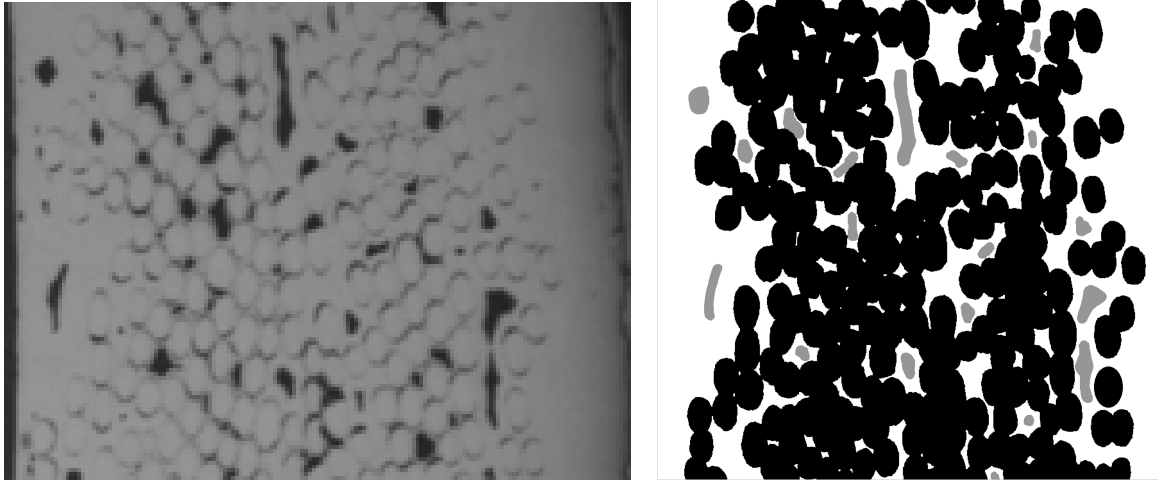


FIGURE 4.27 – Micrographie (gauche) seuillée (droite) d’une coupe de composite élaborée par tressage 2D

Les thermogrammes face avant et face arrière simulés sont confrontés aux thermogrammes face avant et face arrière expérimentaux obtenus sur la couche composite externe prise indépendamment des autres. Ceux-ci sont présentés à la figure 4.28.

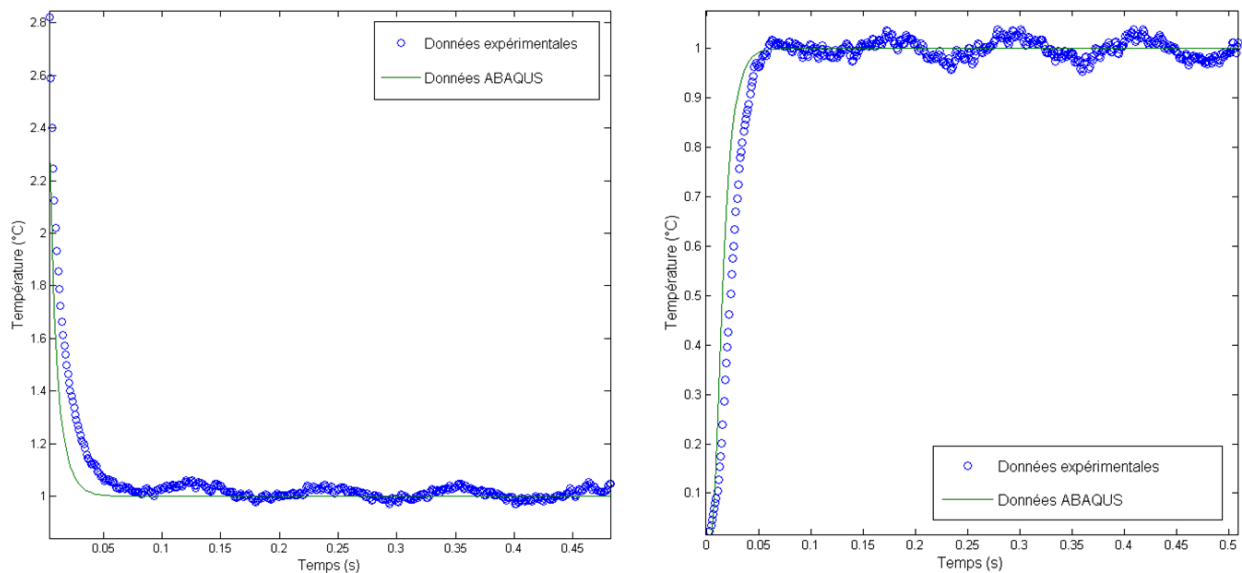


FIGURE 4.28 – Confrontation des thermogrammes expérimentaux et simulés en face avant (gauche) et face arrière (droite)

Les résultats numériques obtenus sont en assez bon accord avec l’expérience. Ceux-ci seront discutés dans la suite de l’étude.

### Résultats et discussion

Les résultats de la minimisation au sens des moindres carrés du thermogramme simulé confrontés aux résultats expérimentaux obtenus au chapitre 2 sont résumés dans

le tableau 4.5. Les résultats expérimentaux sont obtenus par étude du logarithme de la différence des signaux faces avant et arrière.

TABLE 4.5 – Bilan des estimations des diffusivités avec le thermogramme simulé sur les couches composites interne et externe

Couche d'étude	Diffusivité expérimentale ( $mm^2.s^{-1}$ )	Diffusivité numérique ( $mm^2.s^{-1}$ )	Ecart (%)
interne	$7.04 \pm 0.20$	8.17	13.8
externe	$15.09 \pm 1.03$	16.11	6.3

Les conductivités calculées à partir de ces résultats et des données référencées dans le tableau 4.4 sont résumées dans le tableau 4.6.

TABLE 4.6 – Bilan des estimations des diffusivités avec le thermogramme simulé sur les couches de composite interne et externe

Couche d'étude	Conductivité expérimentale ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )	Conductivité numérique ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )
interne	$12.97 \pm 0.4$	14.95
externe	$29 \pm 1.9$	31

L'écart sur l'estimation entre l'expérience et la simulation est de 13.8% pour la couche d'enroulement filamentaire et de 6.3% pour l'autre couche. Ces résultats sont relativement éloignés de ceux obtenus au chapitre 2. Cependant, dans la modélisation couche par couche, l'enchaînement des couches d'élaboration discontinue n'a pas été prises en compte. Ces différentes couches sont visibles sur la figure 4.29. L'infiltration par voie gazeuse de la matrice est effectuée en plusieurs cycles dont l'empilement successif semble entrainer la formation de petites résistances de contact thermique.

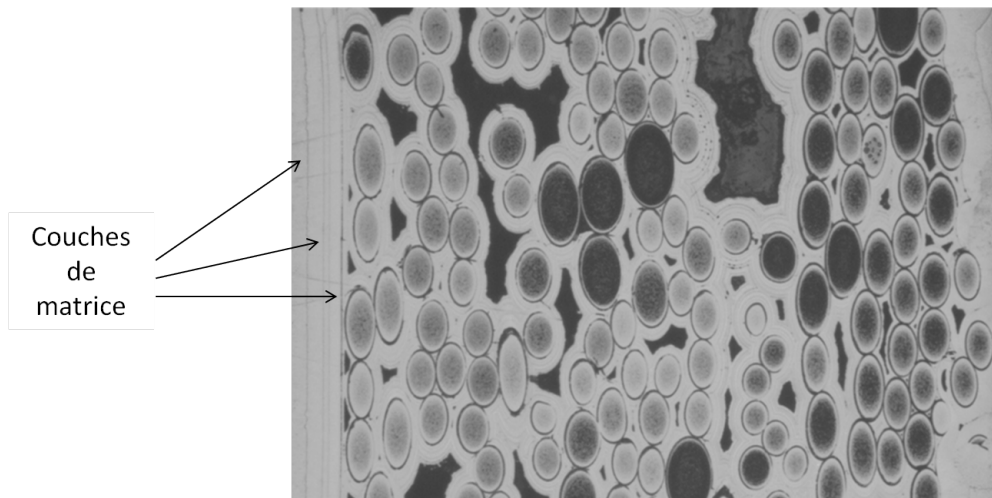


FIGURE 4.29 – Exemple de résistances de contact présentes au sein des matériaux

Par le biais d'une étude par analogie thermo-électrique, l'épaisseur équivalente des

résistances de contact est calculée. Ces valeurs correspondent à l'épaisseur calculée pour que l'écart entre l'expérience et la simulation soit nul. Ils sont résumés en tableau 4.7.

TABLE 4.7 – Bilan des estimations des diffusivités avec le thermogramme simulé sur les couches composite interne et externe

	Couche interne	Couche externe
Epaisseur des fissures	0.044 $\mu\text{m}$	0.094 $\mu\text{m}$

Les épaisseurs calculées sont très faibles et correspondent à l'ordre de grandeur des fissurations observées sur la figure 4.29. En prenant en compte ces légères résistances de contact internes aux matériaux, la méthode employée pour remonter de la micrographie du matériau jusqu'au calcul thermique est adaptée pour une description précise du comportement thermique de ceux-ci.

#### 4.4.3 Résultats sur une tranche de gaine

L'expérience flash numérique est désormais menée sur une tranche de gaine. Pour ceci, le maillage présenté à la figure 4.17 a été utilisé. Contrairement au calcul des conductivités effectives ou seules les conductivités de chaque constituant doivent être renseignées, l'étude en régime instationnaire passe par la définition du paramètre diffusivité thermique puisqu'elle fait apparaître une composante temporelle dans l'équation de la chaleur. De ce fait, il faut renseigner la masse volumique  $\rho$  ainsi que la capacité thermique  $C_p$  de chaque constituant en plus de leur conductivité.

Les conductivités thermiques prises en compte pour la fibre et la matrice sont celles estimées au chapitre 3. Les différentes propriétés considérées pour chaque constituant sont rassemblées dans le tableau 4.8.

TABLE 4.8 – Propriétés des constituants élémentaires de la gaine

Constituant élémentaire de la gaine	Conductivité thermique $W.m^{-1}.K^{-1}$	Masse volumique $kg.m^{-3}$	Capacité thermique $J.kg^{-1}.K^{-1}$	Diffusivité thermique $mm^2.s^{-1}$
Fibre ( <i>SiC</i> )	19	3100	680	9
Matrice ( <i>SiC</i> )	113	3100	680	52
Liner (Tantale)	54	16600	140	23
porosité (air)	0.0262	1	1004	27

L'évolution de la température dans l'épaisseur après un flash externe sur la tranche de gaine de la figure 4.17 est présentée en figures 4.30, 4.31 et 4.32. Le pas de temps imposé est de 0.4 ms, ce qui correspond à une fréquence de 2500Hz. Le pas de temps a été choisi égal à ceux utilisés expérimentalement pour permettre une comparaison des résultats numériques à ceux obtenus par l'expérience.

Les thermogrammes faces avant et arrière associés à l'expérience flash numérique sur une tranche de gaine sont présentés figure 4.33.

Pour pouvoir évaluer l'influence des différentes couches de l'échantillon étudié sur le transfert thermique, le logarithme de l'élévation de la température face avant en fonction

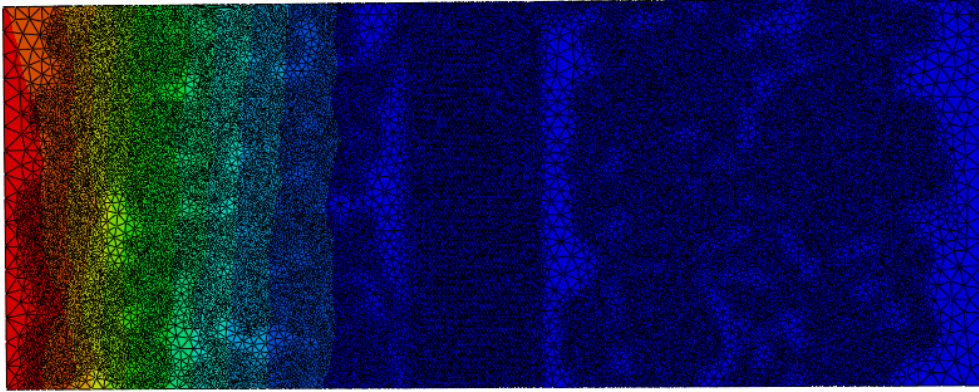


FIGURE 4.30 – Champs de température en régime instationnaire à l'échelle d'une tranche de gaine ( $t = t_{flash}$ )

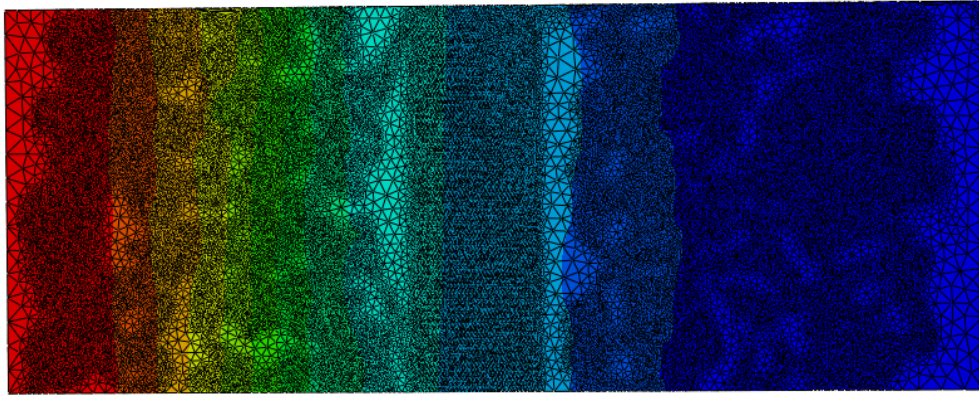


FIGURE 4.31 – Champs de température en régime instationnaire à l'échelle d'une tranche de gaine ( $t = 10*t_{flash}$ )

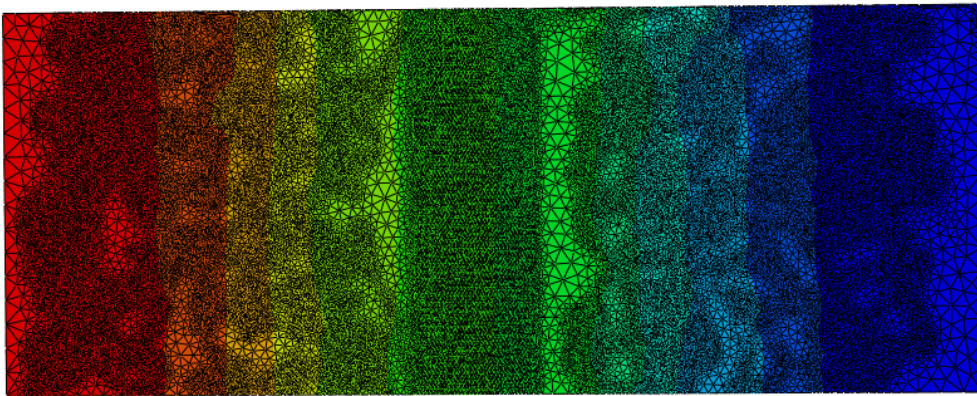


FIGURE 4.32 – Champs de température en régime instationnaire à l'échelle d'une tranche de gaine ( $t = 100*t_{flash}$ )

du logarithme du temps est représenté sur la figure 4.34. L'étude du logarithme permet de mettre en évidence le caractère semi-infini ou non du milieu étudié. Un milieu semi infini est une paroi d'épaisseur suffisamment grande pour que la perturbation appliquée sur une face ne soit pas ressentie par l'autre face. Dans le cadre d'un échantillon monocouche homogène isotrope, l'évolution de la température en face avant sur le domaine semi-

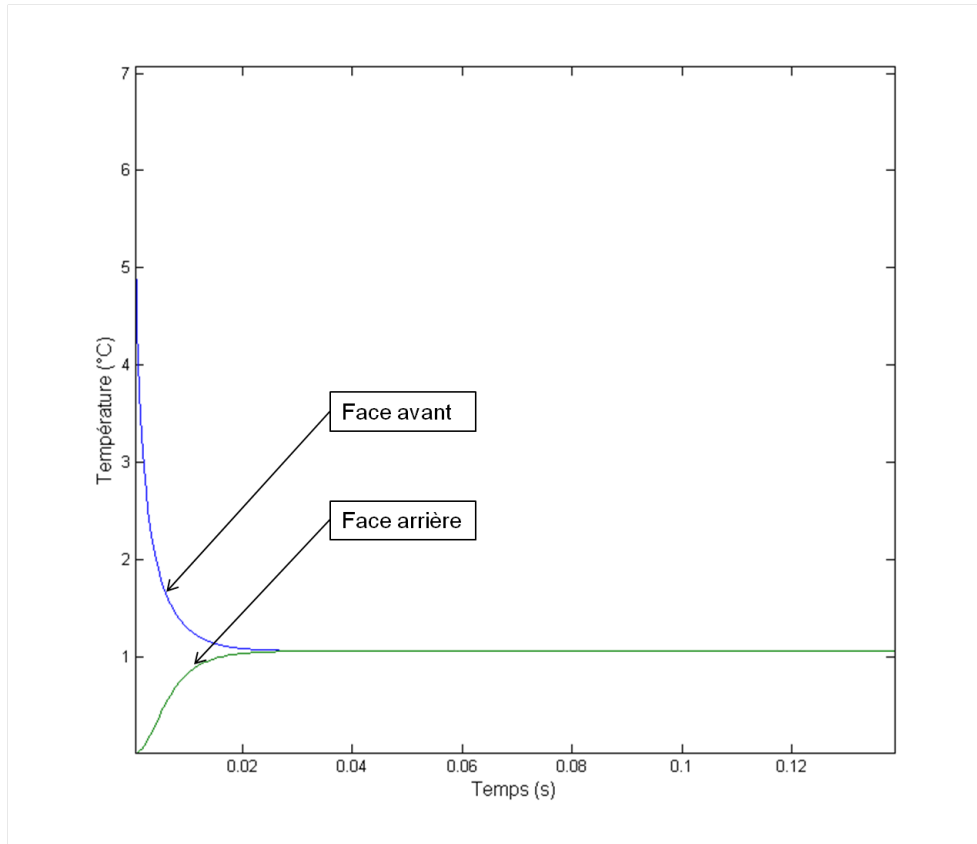


FIGURE 4.33 – Thermogrammes faces avant et arrière simulés sur une tranche de gaine

infini décrit une évolution en l'inverse de la racine carrée du temps [Hay04]. De ce fait, sa décroissance logarithmique aura une pente égale à  $-\frac{1}{2}$ . L'écart constaté entre le logarithme du signal face avant simulé et cette pente confirme le comportement multicouche de l'échantillon. L'étude des thermogrammes simulés doit donc être menée avec un modèle multicouche.



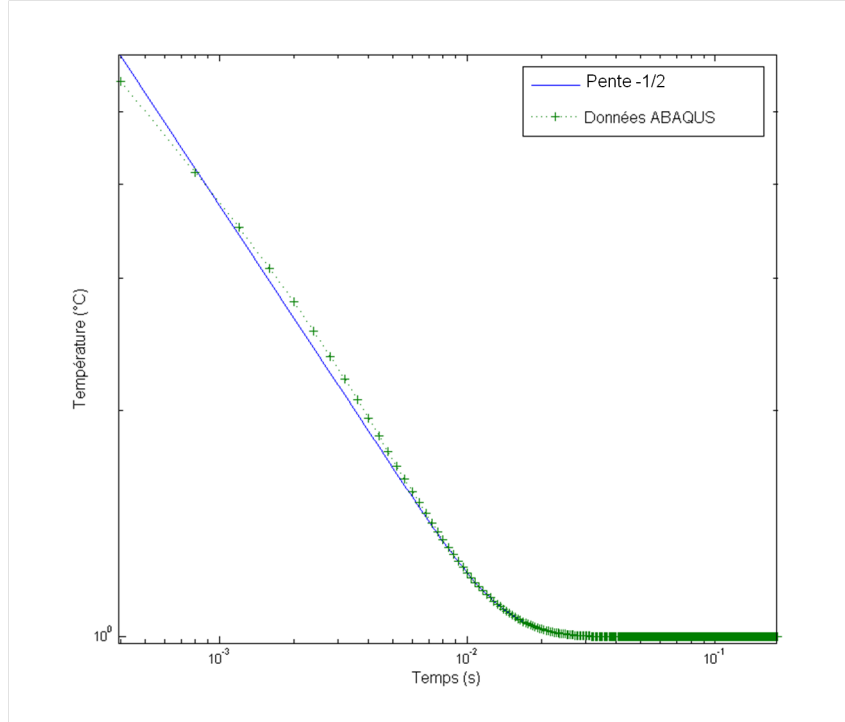


FIGURE 4.34 – Étude logarithmique de l'évolution de la température simulée en face avant confrontée à une pente  $-\frac{1}{2}$

#### 4.4.4 Confrontation des résultats numériques aux résultats expérimentaux

Les thermogrammes face avant et faces arrières ayant été obtenus grâce à la modélisation seront dans un premier temps confrontés aux résultats expérimentaux obtenus sur chaque tube constituant la gaine sandwich. Ils seront ensuite comparés avec les thermogrammes expérimentaux obtenus sur la gaine sandwich.

##### Minimisation par le formalisme des quadripoles

La figure 4.34 met en évidence le caractère multicouche thermique de la gaine, et donc la nécessité de le décrire avec un modèle adapté. L'objectif des développements qui suivent est de réinjecter les propriétés géométriques du matériau d'étude qui sont à présent parfaitement connues. Pour minimiser les thermogrammes simulés, un modèle quadripolaire trichouche est utilisé. De ce fait, la matrice quadripolaire résultante est le produit de trois matrices quadripolaires représentant chacune une des couches de la gaine.

$$\begin{pmatrix} A & B \\ C & D \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A_{T2D} & B_{T2D} \\ C_{T2D} & D_{T2D} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_{Ta} & B_{Ta} \\ C_{Ta} & D_{Ta} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} A_{EF} & B_{EF} \\ C_{EF} & D_{EF} \end{pmatrix} \quad (4.3)$$

avec



$$\begin{cases} A_i = \cosh(\sqrt{\frac{p}{a_i}} e_i) \\ B_i = \frac{1}{\lambda \sqrt{\frac{p}{a_i}}} \sinh(\sqrt{\frac{p}{a_i}} e_i) \\ C_i = \lambda \sqrt{\frac{p}{a_i}} \sinh(\sqrt{\frac{p}{a_i}} e_i) \\ D_i = \cosh(\sqrt{\frac{p}{a_i}} e_i) \end{cases} \quad (4.4)$$

où  $e_i$  et  $a_i$  représentent respectivement l'épaisseur et la diffusivité de la  $i^{eme}$  couche et où  $T2D$ ,  $Ta$  et  $EF$  représentent respectivement les couches de tressage, de tantale et d'enroulement filamenteux. Le contact entre chaque couche a été modélisé comme parfait, l'équation 4.3 ne prend donc pas en compte de résistance de contact thermique. Les propriétés thermiques du tantale sont considérées comme connues et sont renseignées dans le tableau 4.8.

L'évolution de la température  $T$  en fonction du temps  $t$  dans l'échantillon d'épaisseur  $z$  est minimisée selon deux paramètres qui sont la diffusivité thermique  $a_{T2D}$  de la tresse 2D extérieure et la diffusivité thermique  $a_{EF}$  de la couche d'enroulement filamenteux intérieure, soit :

$$T = T(t, z, a_{T2D}, a_{EF}) \quad (4.5)$$

Les minimisations de ces signaux face avant et face arrière par le modèle quadripolaire tricouche sont présentées sur les figures 4.36 et 4.35.

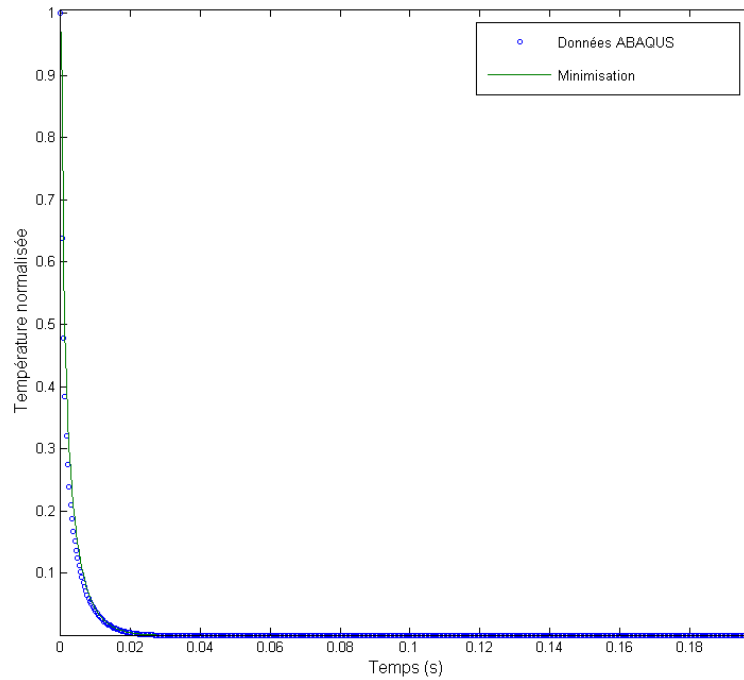


FIGURE 4.35 – Minimisation du thermogramme face avant simulé sur gaine sandwich par le modèle quadripolaire tricouche

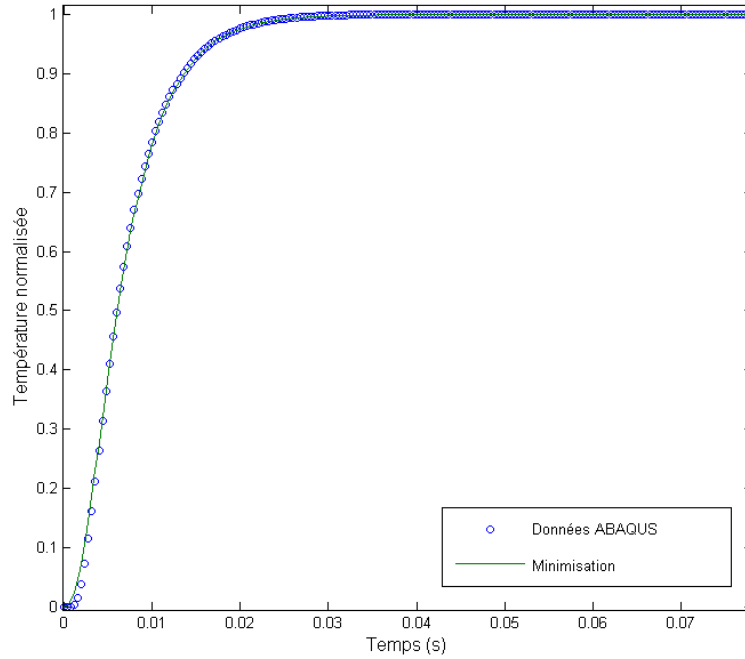


FIGURE 4.36 – Minimisation du thermogramme face arrière simulé sur gaine sandwich par le modèle quaripolaire tricouche

### Résultats de la minimisation

Les diffusivités thermiques estimées par minimisation des thermogrammes simulés avec le modèle quardipolaire tricouche sont présentées dans les tableaux 4.9 et 4.10, où elles sont confrontées aux diffusivités thermiques estimées par l'expérience au chapitre 2.

TABLE 4.9 – Confrontation des diffusivités estimées par l'expérience et par la simulation avec le thermogramme face arrière

Couche d'étude	Diffusivité expérimentale ( $mm^2.s^{-1}$ )	Diffusivité numérique ( $mm^2.s^{-1}$ )	Ecart (%)
Tresse 2D	$15.09 \pm 1.03$	14.89	1.34
Enroulement	$7.04 \pm 0.2$	9.91	29

TABLE 4.10 – Confrontation des diffusivités estimées par l'expérience et par la simulation avec le thermogramme face avant

Couche d'étude	Diffusivité expérimentale ( $mm^2.s^{-1}$ )	Diffusivité numérique ( $mm^2.s^{-1}$ )	Ecart (%)
Tresse 2D	$15.09 \pm 1.03$	15.35	1.72
Enroulement	$7.04 \pm 0.2$	9.05	20

Les valeurs obtenues sont du même ordre de grandeur que les valeurs estimées expéri-

mentalement au chapitre 2. La diffusivité numérique de la couche de tressage est proche de celle estimée expérimentalement (moins de 2% pour chaque thermogramme), alors que celle obtenue pour la couche d'enroulement filamentaire est surestimée (avec 20 et 29% d'écart avec à la mesure).

Cet écart s'explique par la présence d'un dépôt de matrice à la surface intérieure de la couche d'enroulement filamentaire intérieure, qui est au moins trois fois plus épaisse sur la gaine sandwich totale que sur le tube d'enroulement filamentaire pris indépendamment. La matrice étant très diffusive, un dépôt plus grand sur celle-ci a pour conséquence d'augmenter la diffusivité globale de la couche interne d'enroulement filamentaire. Ce revêtement de surface de  $SiC$  est visible sur la figure 4.37.

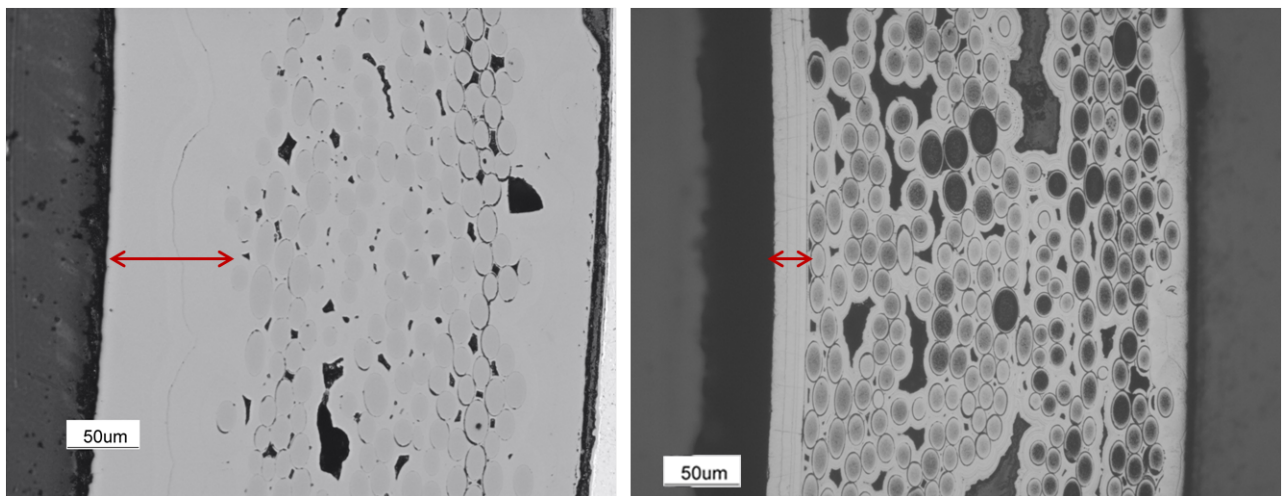


FIGURE 4.37 – Mise en évidence du seal-coat à la surface de l'enroulement filamentaire seul (droite) et au sein de la gaine sandwich (gauche)

Les thermogrammes simulés vont à présent être confrontés à ceux obtenus expérimentalement au chapitre 2.

### Discussion

En comparant les résultats obtenus grâce à la minimisation des signaux faces avant et arrière simulés grâce à ABAQUS avec les signaux obtenus avec le formalisme des quadripôles sur chaque couche composite (enroulement filamentaire et tressage) permettent de conclure que :

- d'une part, les résultats numériques obtenus sont cohérents avec les propriétés estimées au chapitre 2 (cf. tableau 4.5). Les résultats issus de l'expérience et ceux issus de la modélisation sont similaires et donc les modèles, hypothèses et protocoles expérimentaux avancés sont de fait adaptés pour caractériser nos échantillons ;
- d'autre part, les résultats expérimentaux obtenus dans le chapitre 2 n'ont nécessité aucun calcul de propriétés thermiques élémentaires (conductivités thermiques des fibres et de la matrices). Ces propriétés ont été estimées au chapitre 3 de manière à alimenter le code de calcul pour simuler les transferts thermiques à différentes échelles de la gaine sandwich. La cohérence des résultats résumés dans le tableau 4.5 indique donc que les propriétés thermiques des fibres et de la matrice estimées au chapitre 3 sont cohérentes à leurs tour ;

#### 4.4.5 Comportement thermique de la gaine

Les thermogrammes numériques face avant et face arrière sur une épaisseur totale de gaine sont comparés dans cette dernière section aux thermogrammes expérimentaux obtenus sur gaine sandwich. Les thermogrammes numériques ont été obtenus en considérant un contact parfait entre chaque couche constitutive de la gaine sandwich. Les thermogrammes numériques et expérimentaux superposés sont présentés respectivement sur les figures 4.38 et 4.39 pour les signaux face avant et face arrière.

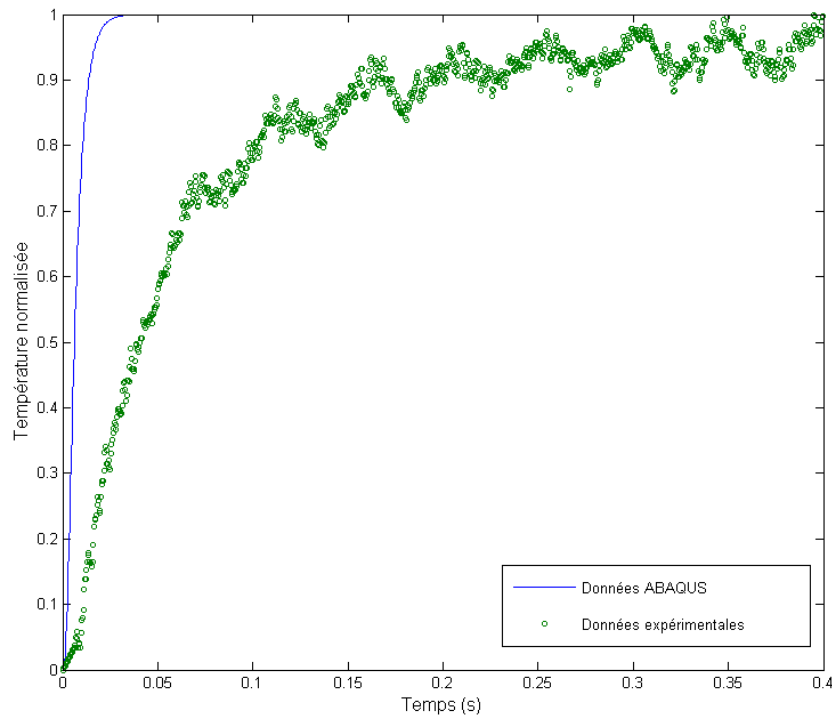


FIGURE 4.38 – Thermogrammes face arrière expérimental et simulé sur gaine sandwich

Les thermogrammes simulés faces avant et arrière présentent une évolution plus marquée et moins perturbée que celle des signaux expérimentaux. En effet, en analysant cette confrontation de thermogrammes, la chaleur se dissipe plus vite dans le matériau idéal que dans le matériau réel. Les résultats précédents (cf. tableaux 4.9 et 4.10) montrent que les propriétés thermiques estimées sont cohérentes couche par couche. Il semble donc évident que la raison de ce biais entre expérience et numérique provienne de la prise en compte du contact entre les couches.

Les résistances de contact au sein des couples tresse 2D / liner et liner / enroulement filamenteux ont pour effet de créer une barrière thermique qui freinent le transfert thermique dans l'épaisseur de la gaine. Pour vérifier l'impact des résistances de contact sur le transfert thermique instationnaire, le maillage de la figure 4.17 a pu être modifié pour inclure une lame d'air de  $2\ \mu\text{m}$  entre le liner et la couche d'enroulement filamenteux et entre le liner et la couche de tressage, tel que cela est représenté sur la figure 4.40.

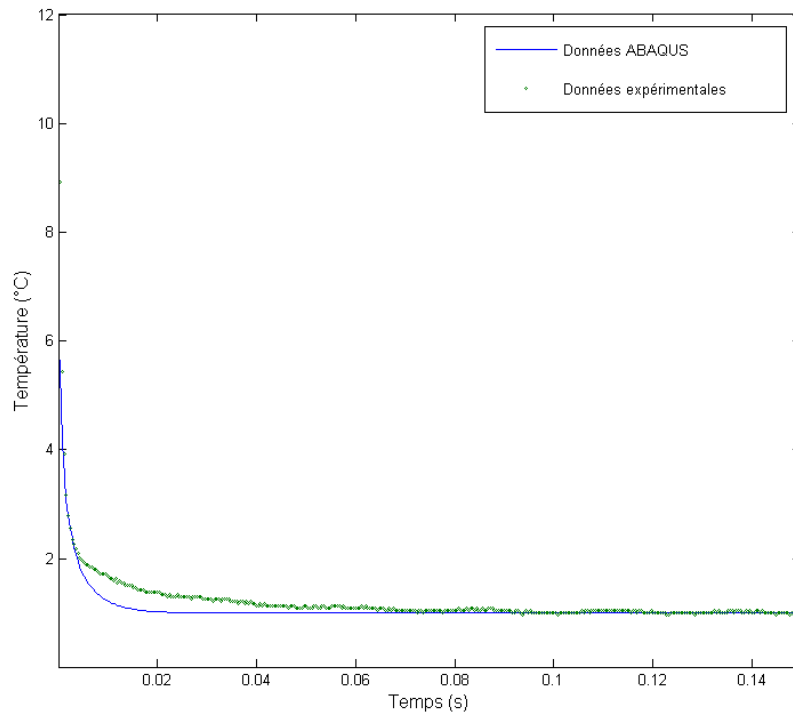


FIGURE 4.39 – Thermogrammes face avant expérimental et simulé sur gaine sandwich

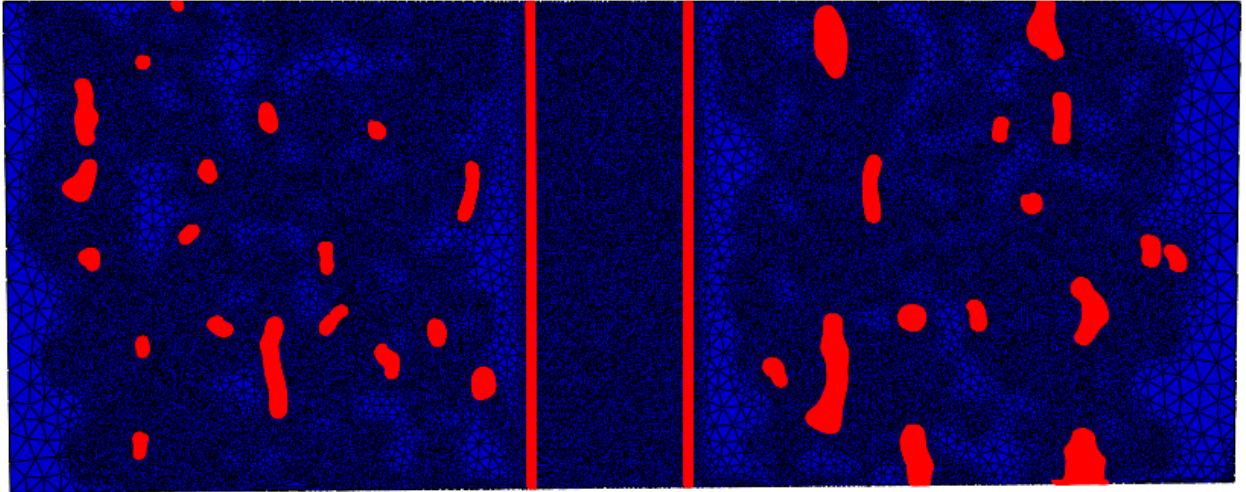


FIGURE 4.40 – Prise en compte dans le maillage d'une résistance thermique de contact entre les couches de la gaine sandwich

Les thermogrammes obtenus après inclusion des résistances thermiques de contact sont présentés sur les figures 4.41 et 4.42.

La prise en compte d'une résistance thermique de contact influence donc très largement sur la diffusion de la chaleur au sein de la gaine. Lorsqu'une résistance est considérée, les thermogrammes simulés tendent à s'harmoniser avec les données expérimentales.

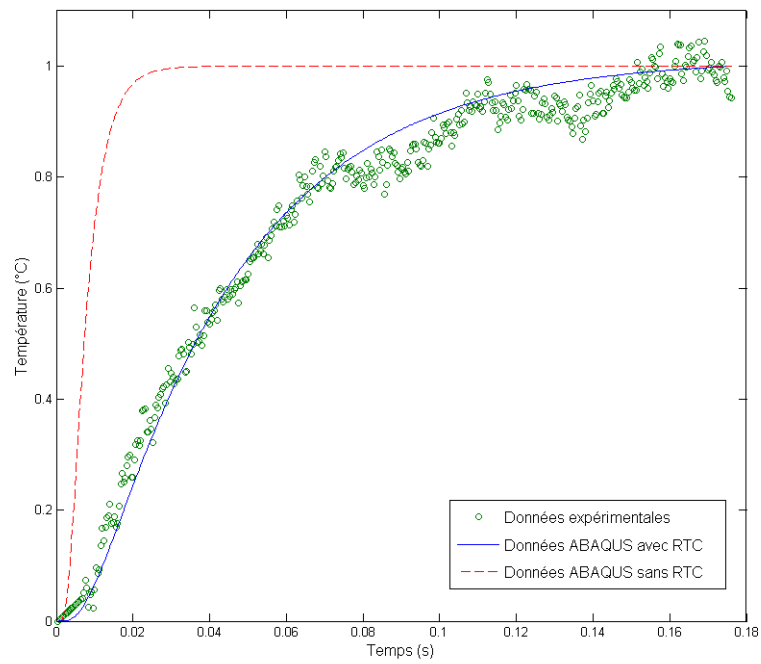


FIGURE 4.41 – Thermogrammes face arrière simulés avec et sans résistance thermique de contact et données expérimentales

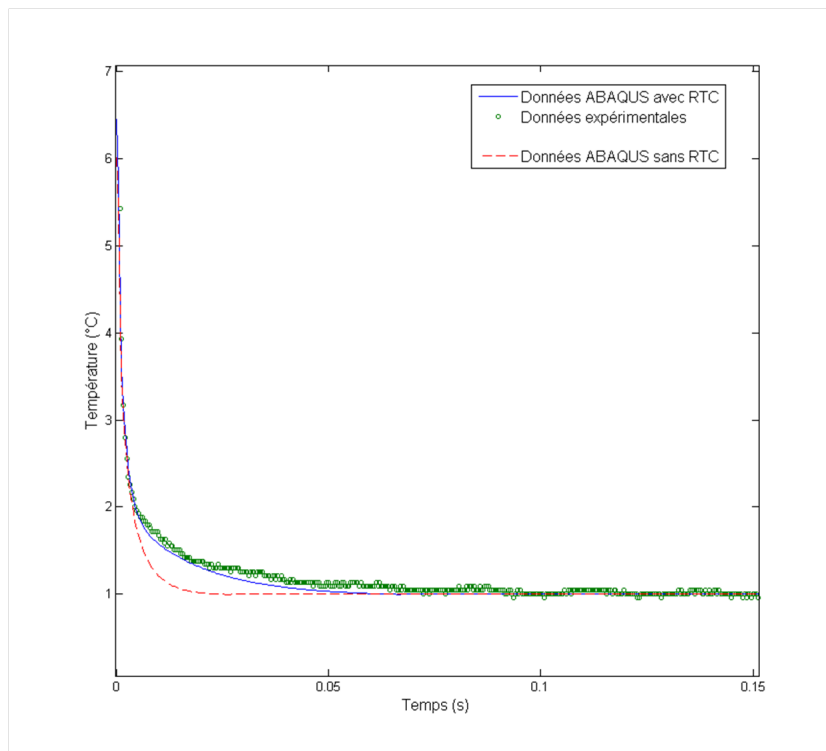


FIGURE 4.42 – Thermogrammes face avant simulés avec et sans résistance thermique de contact et données expérimentales

## 4.5 Bilan de l'étude numérique

L'étude numérique aura permis de déterminer les propriétés thermiques à différentes échelles de la gaine, allant de la couche composite jusqu'à une tranche de gaine complète. Ces propriétés thermiques ont été estimées en régime stationnaire en vue d'obtenir les conductivités effectives des échantillons, puis en régime instationnaire. L'étude en régime instationnaire aura permis :

- la validation des résultats expérimentaux obtenus couche par couche ;
- la validation des résultats expérimentaux sur les constituants élémentaires, sans lesquels la construction de thermogrammes n'aurait pas été possible ;
- l'identification du facteur principal de dégradation des propriétés thermiques de la gaine que sont les résistances thermiques de contact, ainsi que son impact sur le transfert de chaleur dans le sens de l'épaisseur de la gaine.

Les résultats obtenus et les outils développés dans ce chapitre vont désormais pouvoir être utilisés pour étudier la sensibilités des paramètres environnementaux et de conception de la gaine sandwich en conditions de fonctionnement (atmosphère hélium, haute température, etc.).

## Chapitre 5

# Utilisation des résultats pour la conception



Le comportement thermique de la gaine en régime stationnaire et instationnaire a été évalué au chapitre 4. Ce chapitre aura permis d'estimer les propriétés thermiques effectives d'un fil constitutif des composites  $SiC_f/SiC$  ainsi que de la gaine sandwich dans les trois directions de l'espace. L'évolution temporelle de la température à l'échelle de la gaine a aussi été étudiée numériquement et confrontée aux résultats expérimentaux. Il a été mis en évidence que les décohésions étaient la cause principale de la baisse de propriété car elles agissaient comme des freins au transfert de chaleur.

Ce cinquième chapitre a pour objectif d'étudier les jeux de paramètres qui entrent dans la conception de la gaine sandwich et qui peuvent influencer son comportement thermique. Ainsi, la sensibilité des propriétés effectives à différents paramètres, tels que la fraction volumique de fibres au sein du fil, l'épaisseur de liner, l'épaisseur des décohésions ou encore l'environnement d'étude, va être évaluée. Grâce aux outils développés, nous étudierons ensuite le comportement thermique de la structure de gaine en température. L'objectif de ce chapitre est de fournir une aide à la conception en identifiant quels sont les paramètres optimaux pour améliorer davantage la conduction de la chaleur au sein de la gaine sandwich.

## 5.1 Influence de la fraction volumique de fibres et de matrice au sein du fil

La méthode de corrélation flux/force présentée au chapitre 4 est appliquée dans cette section sur différentes images seillées à l'échelle du fil.

### 5.1.1 Echantillons d'étude et implémentation

Des exemples d'images seillées utilisées pour réaliser les calculs de propriétés thermiques effectives pour différents volumes de fibres au sein du fil sont présentées sur la figure 5.1.

De manière à obtenir les conductivités thermiques dans les sens longitudinal, radial et transverse, la méthode de corrélation flux / force explicitée au chapitre précédent est répétée trois fois. Les champs de température en régime stationnaire dans les directions radiale et transverse de l'espace sont présentés sur les figure 5.2 et 5.3. Les résultats obtenus dans la directions longitudinale sont présentés à titre indicatif car ceux-ci nous permettront de vérifier la cohérence des résultats numériques grâce à la confrontation avec des résultats analytiques. Cependant, ces résultats n'ont pas de réel sens physique. En effet, comme les fibres ne sont pas perpendiculaires à la direction de la surface coupée, le maillage par extrusion directe en 3D n'est pas totalement représentatif de la réalité.

### 5.1.2 Validation et résultats

Les résultats obtenus pour les conductivités thermiques en fonction de la fraction volumique de fibre au sein du fil sont ainsi obtenus et reportés sur la figure 5.4. Celles-ci sont calculées en prenant en compte les conductivités thermiques des constituants élémentaires estimées au chapitre 2, à savoir une conductivité de  $19 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$  pour les fibres et  $113 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$  pour la matrice ainsi que la conductivité de l'air considérée pour les porosités de  $0.0262 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$ . Pour s'assurer que les calculs effectués sont cohérents, les résultats obtenus pour la conductivité longitudinale sont confrontés à un modèle parallèle

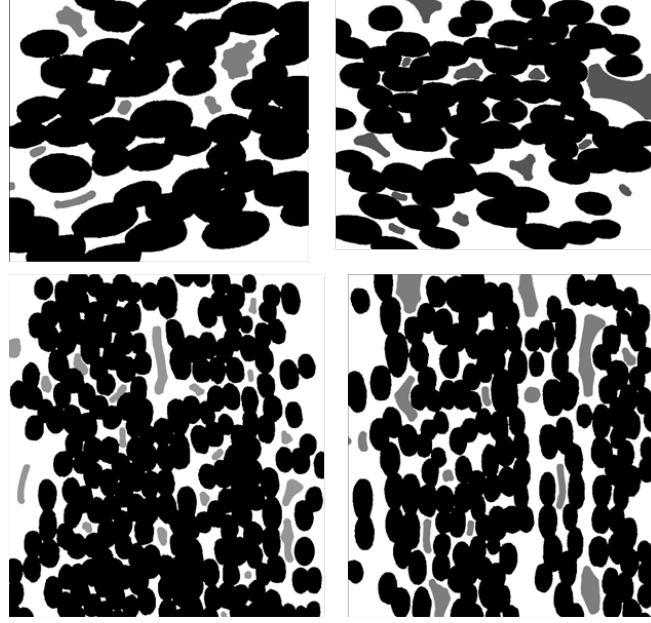


FIGURE 5.1 – Différents échantillons d’images seuillées utilisés pour déterminer les propriétés thermiques effectives à l’échelle du fil

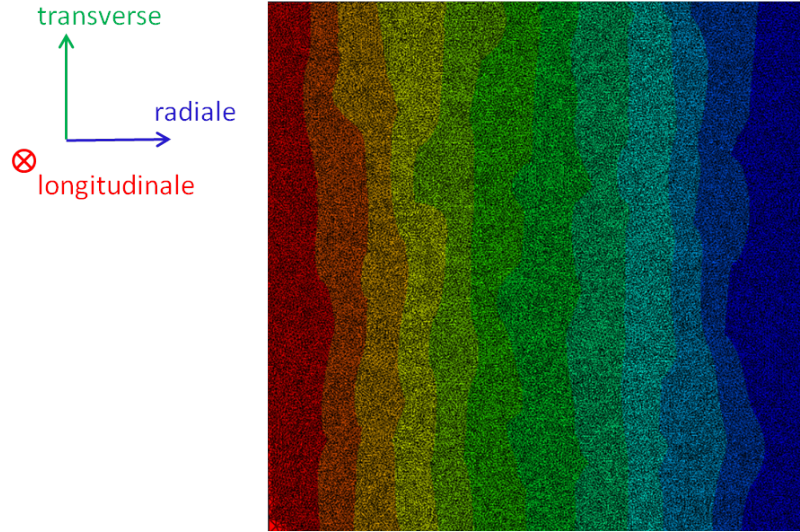


FIGURE 5.2 – Champs de température en régime stationnaire à l’échelle du fil (transfert radial)

équivalent. Cette association de résistances exprime la conductivité thermique effective d’un volume par la somme pondérée des conductivités des constituants élémentaires. De ce fait :

$$\lambda = \frac{1}{V} \sum_{i=1}^N \lambda_i V_i \quad (5.1)$$

où  $\lambda_i$  et  $V_i$  représentent respectivement la conductivité thermique et le volume de la phase  $i$  présents dans un volume total  $V$  composé de  $N$  phases. De ce fait, en prenant en compte les trois phases (fil  $f$  / matrice  $m$  / porosité  $p$ ) composant le fil, l’équation 5.1 peut être écrit selon :

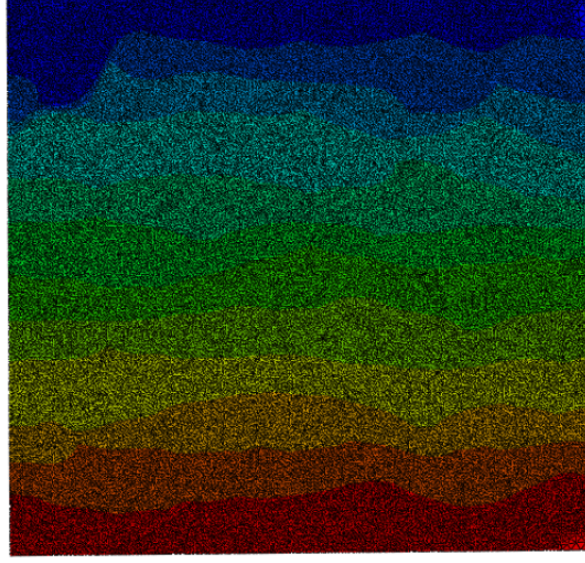


FIGURE 5.3 – Champs de température en régime stationnaire à l'échelle du fil (transfert transverse)

$$\lambda \simeq \frac{1}{V} \left[ \lambda_f V_f + \lambda_m V_m + \lambda_p V_p \right] \quad (5.2)$$

Le volume de porosité  $V_p$  étant faible devant les volumes de fibres  $V_f$  et de matrice  $V_m$  et sa conductivité  $\lambda_p$  de l'air étant très faible devant les conductivités de la fibre  $\lambda_f$  et de la matrice  $\lambda_m$ , l'équation 5.2 devient :

$$\lambda = \frac{1}{V} \left[ \lambda_f V_f + \lambda_m (1 - V_f) \right] \quad (5.3)$$

Les résultats présentés sur la figure 5.4 renseignent la conductivité thermique d'un fil pour une fraction volumique de fibre comprise entre 0.6 et 0.85, dans les trois directions de l'espace.

- Premièrement, les résultats obtenus avec le code de calcul ABAQUS suivent le modèle parallèle dans le sens longitudinal ;
- Ensuite, la conductivité thermique longitudinale est supérieure aux conductivités radiale et transverse. Cette différence s'explique par le fait que dans ces deux directions, le transfert de chaleur est freiné par les amas de fibres (la conductivité thermique des fibres étant nettement inférieure à celle de la matrice) ;
- Enfin, les conductivités thermiques effectives chutent linéairement quand la fraction volumique de fibre augmente. Cette chute est due à la plus grande concentration d'un élément ayant une conductivité plus faible dans un volume total égal.

L'impact de l'évolution en pourcentage de la fraction volumique de fibres au sein d'un fil sur l'évolution des propriétés thermiques du fil est représenté sur la figure 5.5. Cette figure montre que les évolutions sont globalement linéairement décroissantes, avec une pente légèrement plus faible pour la conductivité radiale. En effet, grâce à une étude de la pente formée par régression linéaire, ce graphique permet de dire que lorsque la fraction volumique de fibres augmente de 1% au sein du fil, la conductivité radiale baisse de 1% et les conductivités transverse et longitudinale chutent de 1.3%. D'un point de vue thermique, le concepteur devra plutôt chercher à diminuer cette fraction volumique.

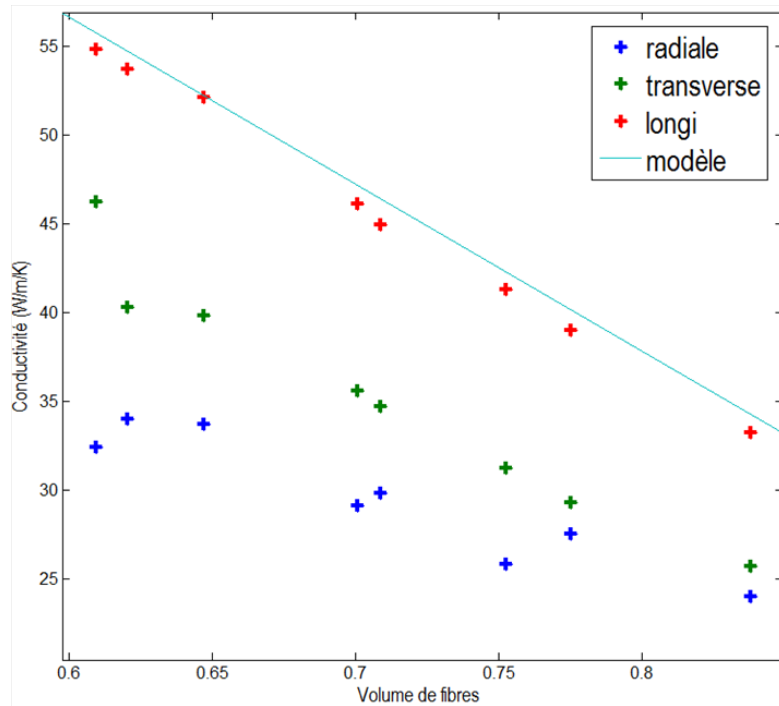


FIGURE 5.4 – Conductivités thermiques du fil en fonction de sa fraction volumique de fibre et comparaison avec le modèle parallèle

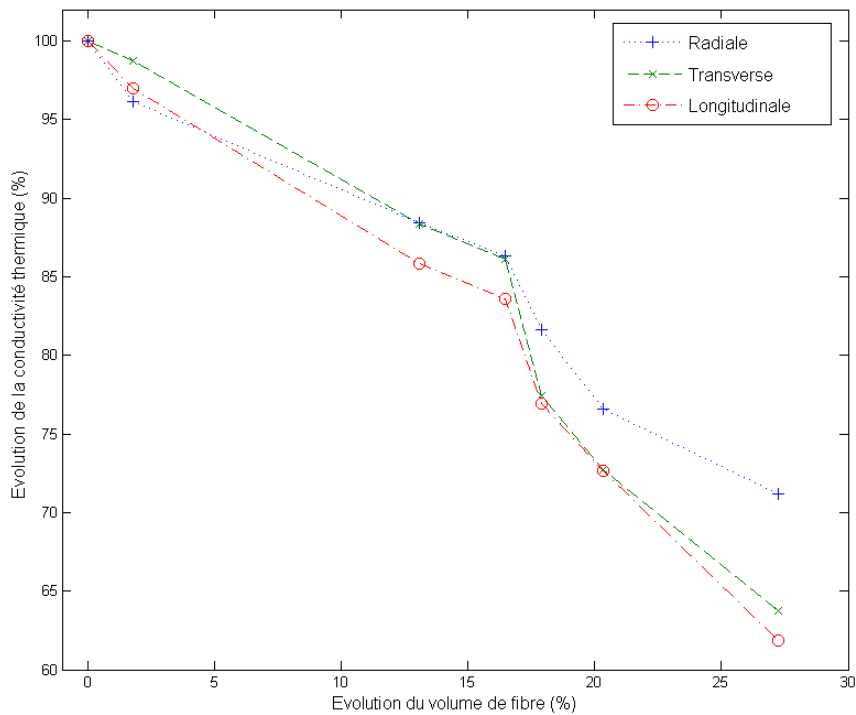


FIGURE 5.5 – Evolution des conductivités thermiques du fil (%) en fonction de sa fraction volumique de fibre

## 5.2 Influence des décohésions

Il a été mis en évidence au chapitre 3 que les décohésions présentes entre le liner de tantale et les couches de tressage et d'enroulement filamentaire avaient une influence néfaste sur les propriétés thermiques de la gaine. En effet, ces décohésions agissent comme des freins au transfert thermique, leur conductivité est largement inférieure à celles des constituants élémentaires. L'influence d'une lame d'air ou d'hélium est à présent étudiée de manière à étudier l'influence des décohésions sur la conductivité thermique en fonction de l'environnement d'étude. Les conductivités thermiques prises en compte pour les décohésions sont de  $0.0262 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$  pour l'air et de  $0.152 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$  pour l'hélium. Les rapports de grandeurs entre ces propriétés thermiques et celles des constituants élémentaires sont résumés dans le tableau 5.1.

Constituant élémentaire	Conductivité thermique $\text{W.m}^{-1}.K^{-1}$	Rapport $\lambda_i/\lambda_{air}$ (SU)	Rapport $\lambda_i/\lambda_{helium}$ (SU)
Fibre	19	725	125
Matrice	113	4313	743
Tantale	19	2061	355

TABLE 5.1 – Rapport entre les propriétés thermiques des constituants élémentaires et celles de l'air et de l'hélium à  $25^\circ \text{C}$

Dans les deux cas, les ordres de grandeurs séparant les propriétés thermiques des constituants élémentaires à celle de l'air et de l'hélium, vont de 125 pour le plus faible à plus de 4300 pour le plus fort. Il est donc certain que la présence d'une lame de l'un de ces deux gaz entraînera une chute des propriétés thermiques de la gaine sandwich, qui dépendra de l'épaisseur de gaz traversée. Il convient donc de quantifier cette chute de propriété pour les conductivités effectives dans les trois directions de l'espace, à savoir les conductivités thermiques radiale, transverse et longitudinale.

### 5.2.1 Analyse théorique

Pour étudier l'évolution des propriétés thermiques effectives de la gaine en présence de décohésions, une analogie thermo-électrique est utilisée. Cette étude se divise en deux catégories :

- Dans le premier cas, la chaleur doit traverser toutes les couches (et donc nécessairement la couche isolante). Le schéma électrique équivalent peut être représenté par une association de résistances en série (figure 5.6).

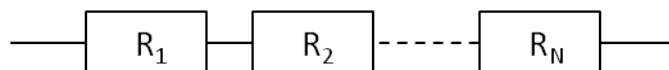


FIGURE 5.6 – Schéma électrique équivalent pour l'étude du transfert thermique radial en régime stationnaire

De ce fait, la résistance thermique de conduction effective équivalente s'exprimera

selon l'équation 5.4.

$$R_{eq} = \sum_{i=1}^N R_i \quad (5.4)$$

où  $R_{eq}$  représente la résistance thermique équivalente aux résistances thermiques  $R_i$  d'un système à  $N$  couches.

- Dans le second cas, le transfert est guidé par les couches aux plus fortes conductivités (et donc pas nécessairement par la couche isolante). Le schéma électrique équivalent peut être représenté par une association de résistances en parallèle (figure 5.7).

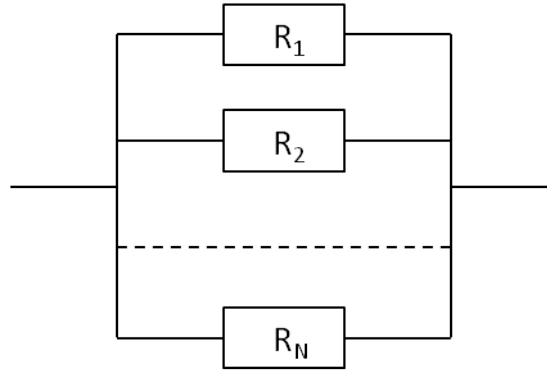


FIGURE 5.7 – Schéma électrique équivalent pour l'étude des transferts thermiques transverse et longitudinal en régime stationnaire

De ce fait, la résistance thermique de conduction effective équivalente s'exprime selon à l'équation 5.5.

$$\frac{1}{R_{eq}} = \sum_{i=1}^N \frac{1}{R_i} \quad (5.5)$$

Dans les deux cas, les résistances de conduction  $R$  s'expriment par l'expression 5.6.

$$R_i = \frac{e_i}{\lambda_i S_i} \quad (5.6)$$

où  $e_i$  et  $S_i$  représentent respectivement l'épaisseur et la surface de contact de la  $i^{me}$  couche de conductivité  $\lambda_i$ .

### 5.2.2 Résultats et discussion

Pour étudier l'influence des décohésions, une épaisseur d'air ou d'hélium entre la couche de Tantale et les couches de tressage et d'enroulement est volontairement introduite. L'évolution progressive de l'épaisseur de ces décohésions est présentée en figure 5.8.

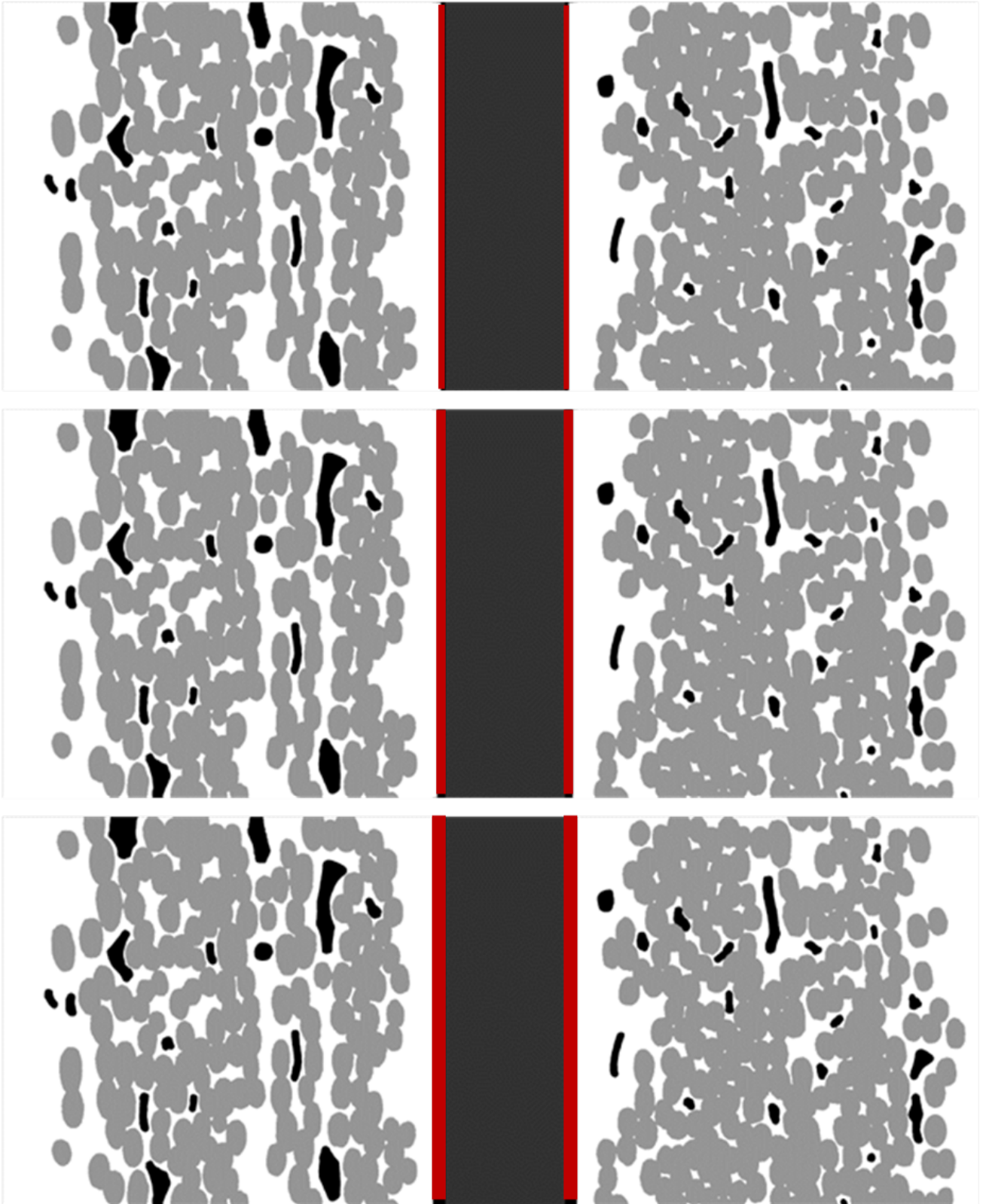


FIGURE 5.8 – Epaisseur progressive de décohésions entre les couches de la gaine sandwich

Les évolutions des conductivités effectives radiales, transverses et longitudinales calculées en environnement air et hélium sont reportées sur la figure 5.9. Les conductivités

longitudinales n'ayant pas de réel sens physique, elles sont reportées à titre indicatif pour renseigner son ordre de grandeur.

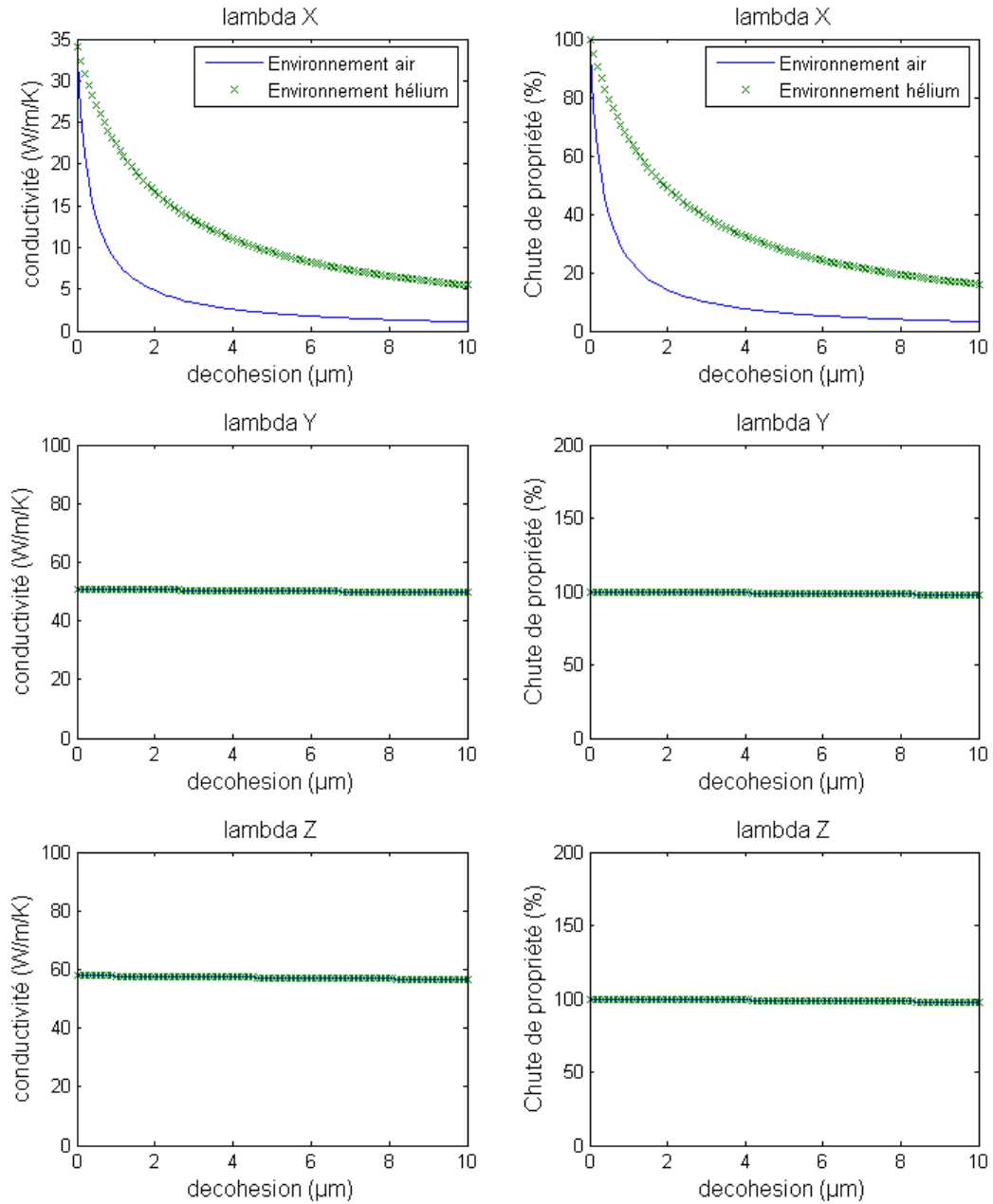


FIGURE 5.9 – Evolution des conductivités thermiques radiale (lambda X), transverse (lambda Y) et longitudinale (lambda Z) en environnement air et hélium. Valeurs calculées en  $W.m^{-1}.K^{-1}$  (gauche) et évolution relative en % (droite)



La première constatation générale qui est faite au vu des résultats et présentés sur la figure 5.9 est que la seule propriété réellement impactée par les décohésions est la conductivité radiale. En effet, quel que soit l'environnement pris en compte (air ou hélium), la baisse de conductivités transverse et longitudinale est au plus de l'ordre du pourcent, même avec des décohésions très importantes. A contrario, la propriété radiale chute fortement dès l'apparition d'une décohésion. En présence d'air, elle chute de 75% pour une décohésion de  $1\mu\text{m}$  contre "seulement" 25% en environnement hélium. Bien que la chute de propriété soit forte dans les deux cas, il apparaît que l'environnement hélium favorise plus le transfert thermique dans l'épaisseur que l'environnement air. L'environnement hélium présent dans les réacteurs de génération IV diminuera donc l'effet néfaste des décohésions sur le transfert thermique radial et n'aura pas d'impact particulier sur les transferts thermiques longitudinaux et transverses.

### 5.3 Influence de l'environnement

La conductivité thermique de l'hélium étant supérieure à celle de tous les autres gaz (elle est six fois supérieure à celle de l'air) l'environnement hélium sera donc nécessairement bénéfique, même si l'inclusion d'une décohésion dégrade les propriétés thermiques effectives de la structure gaine. Le rapport entre la conductivité effective calculée en environnement air et hélium en fonction de l'épaisseur de la décohésion de part et d'autre du liner métallique est présenté sur la figure 5.10.

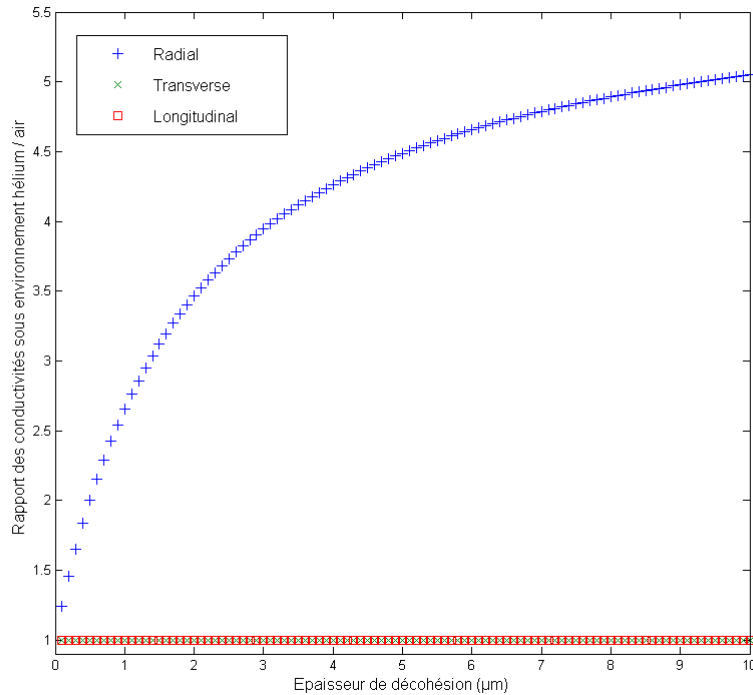


FIGURE 5.10 – Ratio des conductivités hélium / air calculées en fonction de l'épaisseur de la décohésion

Les conductivités transverse et longitudinale ne sont pas impactées par l'environnement d'étude (comme cela avait déjà pu être constaté sur la figure 5.9). En revanche,

la conductivité radiale varie fortement. Pour une épaisseur de  $1\mu\text{m}$  de part et d'autre du liner, la conductivité radiale effective est déjà 2,5 fois supérieure en environnement hélium. Ces résultats confirment que l'environnement hélium a un impact bénéfique sur les propriétés de conduction de la gaine sandwich, même si celles-ci sont fortement impactées par la présence de décohésions.

Les résultats ne tiennent cependant pas compte de deux autres paramètres environnementaux. Ceux-ci ont été obtenus à  $25^\circ\text{C}$  et sous pression atmosphérique. En condition nominale, le réacteur RNR-G va fonctionner sous une pression d'environ 70 bars d'hélium à une température proche de  $1000^\circ\text{C}$ . De plus, ces résultats ne tiennent pas compte de l'effet de l'irradiation qui aura tendance à modifier la conductivité thermique effective de la gaine [CLP<sup>+</sup>15]. Ces trois paramètres vont donc influencer la qualité du transfert thermique. Ceux-ci ne seront pas développés dans la suite, mais discutés en perspectives.

## 5.4 Influence de l'épaisseur de tantale

L'influence de l'épaisseur du liner en tantale intercalé entre les deux couches de composites sur les propriétés effectives de la gaine est maintenant étudiée. Pour cela, les valeurs d'épaisseur de tantale prises en compte dans les calculs réalisés varient entre  $50\mu\text{m}$  et  $200\mu\text{m}$ . Ces données représentent les épaisseurs minimum et maximum admissibles, la pénalité neutronique étant trop importante au-delà.

### 5.4.1 Evolution des conductivités thermiques

Pour effectuer ces calculs, nous avons considéré que l'épaisseur des couches de composite autour du liner ne varie pas, et donc qu'une augmentation de l'épaisseur du liner agrandit la taille globale de la tranche de gaine. L'épaisseur du tantale mesurée initialement est de  $105\mu\text{m}$ . Les calculs sont en revanche effectués autour d'une valeur cible de  $80\mu\text{m}$ . Cette valeur cible représente un optimum vis-à-vis des critères de :

- pénalité neutronique (qui doit être la plus faible possible) ;
- tenue mécanique (pour l'intégrité de la structure) ;
- thermochimie (en termes de compatibilité et d'interactions).

L'évolution des conductivités radiale, longitudinale et transverse calculées en fonction de l'épaisseur de tantale est présentée sur la figure 5.11 et leurs variations par rapport à la valeur cible de  $80\mu\text{m}$  sont décrites sur la figure 5.12. Les calculs et interprétations sont réalisés pour une température de  $25^\circ\text{C}$ .

L'impact global de l'épaisseur de tantale (pour des dimensions raisonnablement réalisables) est peu important dans le cas des propriétés transverse et longitudinale avec un écart maximal de l'ordre de 1% entre les extremums. La conductivité radiale est plus affectée par cette variation avec un écart de l'ordre de 5% entre les extremums. Cette plus forte variation de propriété radiale est due au fait que le flux de chaleur traverse une plus forte épaisseur de constituant dont la conductivité est plus élevée que la conductivité radiale effective. Ensuite, une augmentation de l'épaisseur du liner a un impact bénéfique sur les propriétés effectives radiale et transverse puisque la conductivité du tantale est plus forte que leur conductivité effective initiale. A l'inverse, une diminution de la taille de cette couche réduira les propriétés effectives de la gaine dans ces deux directions. La seule propriété qui se voit corrigée à la baisse est la conductivité effective longitudinale, pour laquelle la conductivité du tantale est plus faible que sa propre conductivité effective initiale. De ce fait, une diminution de l'épaisseur du liner aura pour effet d'augmenter la

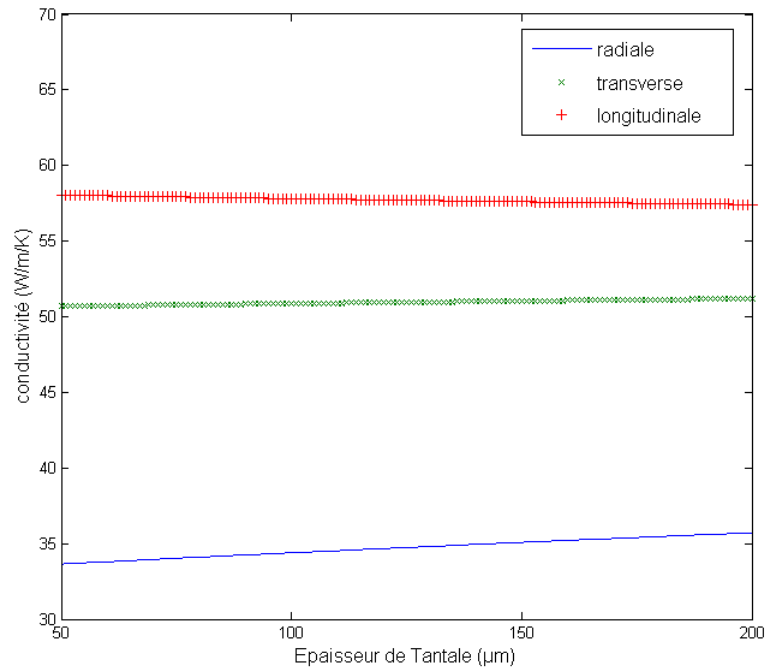


FIGURE 5.11 – Evolution des conductivités effectives radiales, longitudinales et transverses en fonction de l'épaisseur de liner à 25 ° C

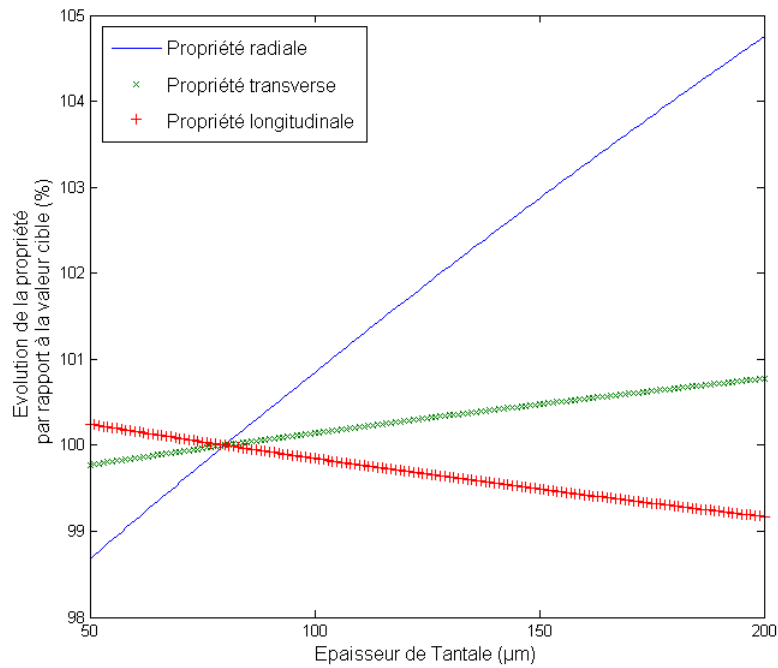


FIGURE 5.12 – Variation des conductivités effectives radiales, longitudinales et transverses en fonction de l'épaisseur de liner par rapport à la valeur cible calculée pour 80 μm à 25 ° C

propriété effective dans cette direction (même si l'apport est très faible). Encore une fois, ces valeurs ne sont pas représentatives du comportement en environnement réel. Cependant, d'un point de vue thermique, nous en concluons que plus l'épaisseur de tantale est grande, meilleur sera le transfert.

#### 5.4.2 L'impact minime du liner métallique

Il a été mis en évidence sur la figure 5.12 que les propriétés thermiques dans les trois directions de l'espace ne variaient que peu face à une variation d'épaisseur du liner métallique. La figure 5.13 met en exergue le pourcentage d'évolution de la propriété thermique face à l'augmentation de la dimension de celui-ci.

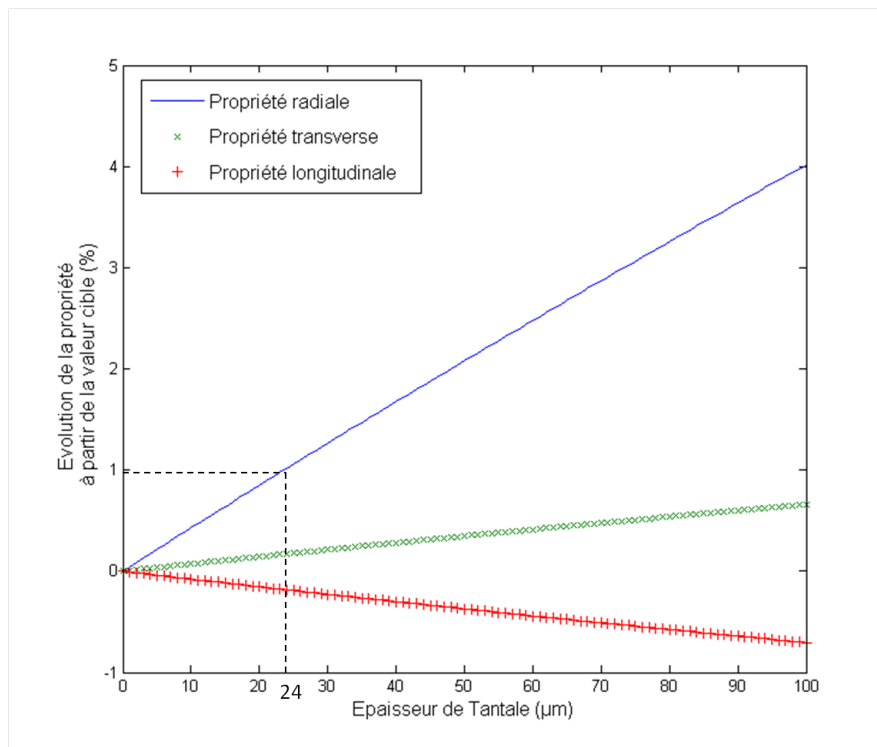


FIGURE 5.13 – Evolution des propriétés thermiques de la gaine en fonction de l'augmentation de l'épaisseur de Tantale à partir de sa valeur initiale de 80  $\mu\text{m}$

Au vu de la figure 5.13, une augmentation d'épaisseur de liner de 24% ne va améliorer la conductivité radiale que de 1%. Même en doublant son épaisseur, l'amenant ainsi à une épaisseur de 160 $\mu\text{m}$  (soit 80 de plus que la valeur cible), l'apport en conductivité est de 4%. Les conductivité transverses et longitudinales sont très peu impactées, puisqu'une augmentation de 100% de l'épaisseur du liner les fait varier d'une valeur inférieure à 1%. Ainsi, les propriétés thermiques de la gaine sandwich ne sont donc pas particulièrement impactées par l'épaisseur du Liner.

## 5.5 Comportement thermique en température

Il est primordial de pouvoir évaluer le comportement thermique de la structure gaine en température puisque celle-ci est vouée à être utilisée à hautes températures. Les outils mis en place en régime stationnaire dans le chapitre précédent vont être utilisés pour calculer les propriétés thermiques effectives du fil et de la gaine sandwich dans les directions radiale, transverse et longitudinale en température. Pour ceci, des données en température obtenues mesurées par le CEA DAM (Le Ripault) pour les fibres et la matrice ont été utilisées [GR14].

### 5.5.1 Méthode et données d'entrée

Pour étudier l'évolution des propriétés effectives du fil et de la gaine sandwich, les données d'entrées collectées au CEA pour des températures allant de 25 à 1000 °C [GR14] sont utilisées pour alimenter le code de calcul ABAQUS. Ces valeurs ont été estimées expérimentalement sur les constituants élémentaires fibre et matrice par une méthode de microscopie photothermique [GR14]. Leur évolution en fonction de la température est renseignée à la figure 5.14. Les conductivités thermiques des constituants élémentaires seront déduites de ces estimations à partir des valeurs de capacité thermique renseignées sur la figure 5.15. En considérant une densité de 3,1 pour le *SiC*, Une fois les conductivités thermiques des fibres et de la matrice déduites pour chaque température, elles serviront comme données d'entrée pour le calcul de propriétés thermiques de la gaine. L'évolution des propriétés thermiques représentée à la figure 5.14 est en accord avec la littérature qui mentionne une baisse des diffusivités et des conductivités avec la hausse de la température [Sla64].

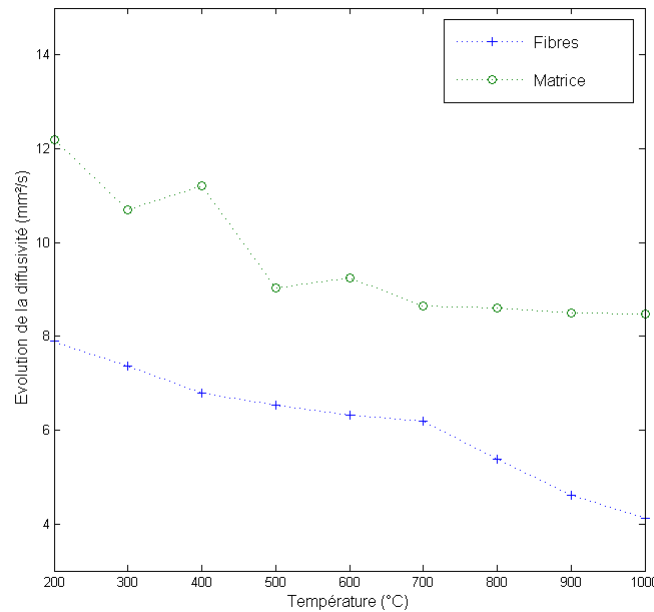


FIGURE 5.14 – Diffusivités de la fibre HiN-S et de la matrice SiC CVI en fonction de la température (Données CEA)

Les conductivités sont calculées à partir des diffusivités estimées ainsi que la capacité

thermique. Celle-ci est dépendante de la température, et son évolution est présentée en figure 5.15 (données CEA). Ces données ont été obtenues par analyse thermodifférentielle (ATD) et seront par la suite utilisées tant pour la fibre que pour la matrice, la capacité thermique étant indifférente de la microstructure du carbure de silicium.

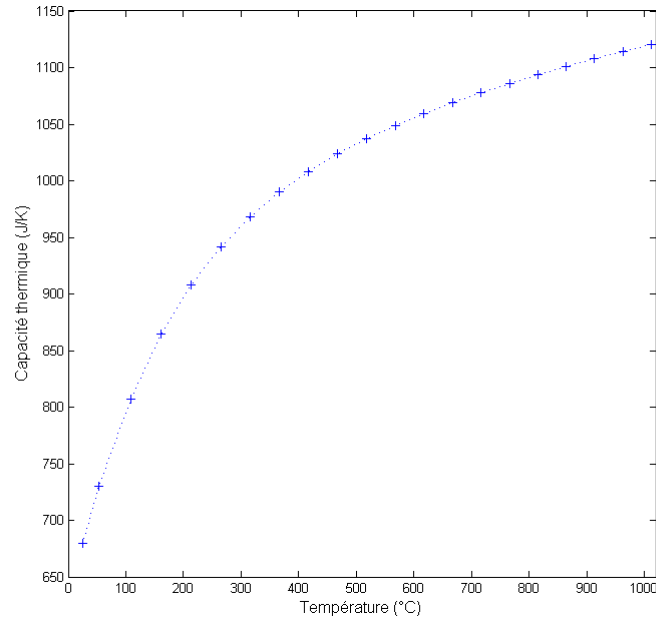


FIGURE 5.15 – Evolution de la capacité thermique mesurée du  $SiC$  en fonction de la température

Les conductivités thermiques calculées des fibres et de la matrice sont présentées sur la figure 5.16.

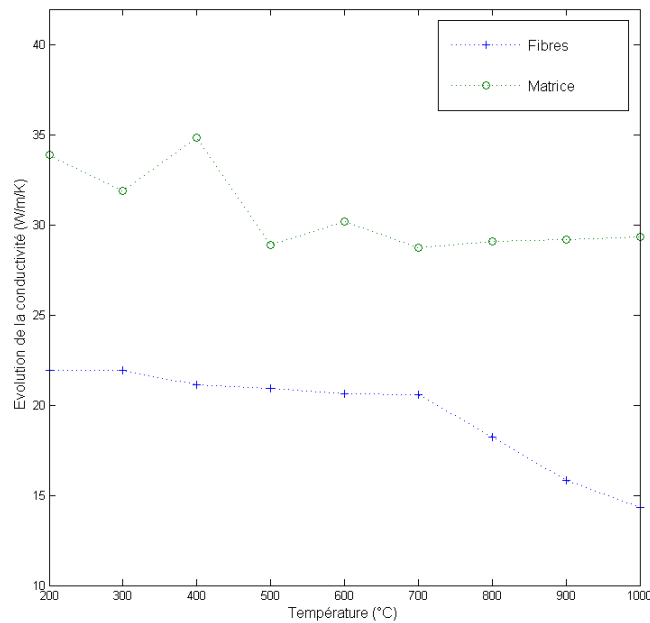


FIGURE 5.16 – Evolution des conductivités calculées de la fibre et de la matrice en fonction de la température

La revue [SS08] sur les propriétés thermiques de différents échantillons de tantale explique que celles-ci varient peu sur les plages de températures d'étude. Au mieux celles-ci augmentent. Ici, la conductivité thermique est considérée comme constante et égale à sa valeur à 25 °C renseignée dans le chapitre 4 ( $54 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Le cas considéré est donc le plus défavorable, même si la conductivité thermique du tantale évolue peu en température.

Ces données ont été introduites dans le code de calcul ABAQUS pour obtenir les propriétés thermiques à l'échelle du fil et de la gaine en fonction de la température.

### 5.5.2 Résultats à l'échelle du fil

Les résultats obtenus à l'échelle du fil sont reportés sur la figure 5.17. Ceux-ci présentent les évolutions des propriétés thermiques radiale, transverse et longitudinale pour des températures allant de 25 à 1000 °C

Les conductivités thermiques calculées grâce aux outils mis en place à partir de micrographies directement effectuées sur les matériaux d'étude présentent une évolution globale identique dans les trois directions d'étude. En effet, celles-ci présentent un "palier" sur lesquels les conductivités effectives varient peu (chute de 10% pour une élévation de température de 700 °C). Ensuite, à partir de 700 °C, les propriétés thermiques chutent rapidement pour atteindre une conductivité thermique 30% plus faible que la valeur initiale à 1000 °C.

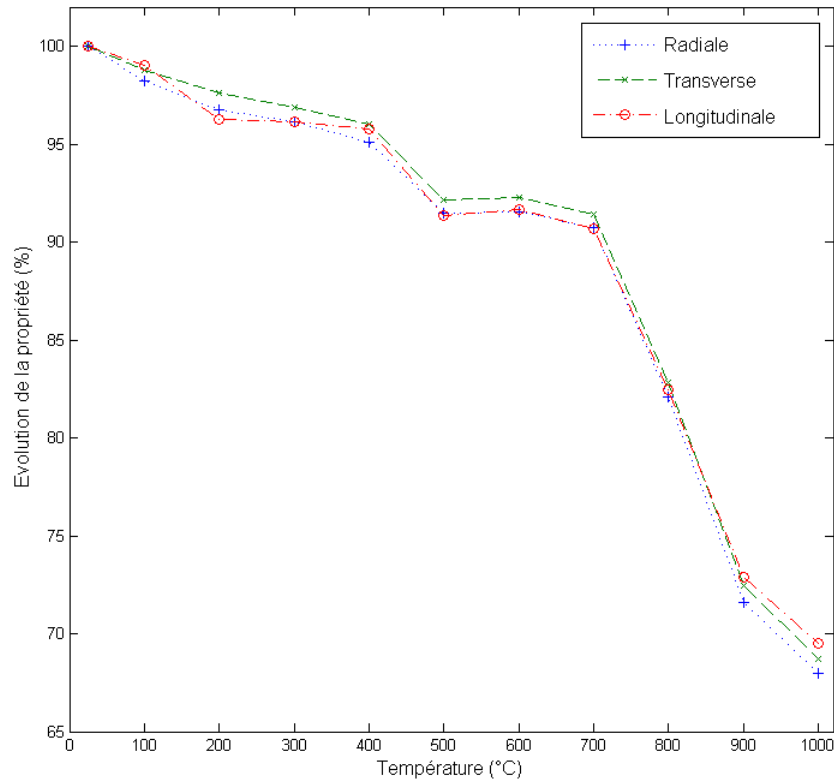


FIGURE 5.17 – Evolution des conductivités thermiques à l'échelle du fil en fonction de la température dans les trois directions

### 5.5.3 Résultats à l'échelle de la gaine

Les résultats à l'échelle de la gaine sont reportés sur la figure 5.18. Ceux-ci présentent les évolutions des propriétés thermiques radiale, transverse et longitudinale pour des températures allant de 25 à 1000 °C.

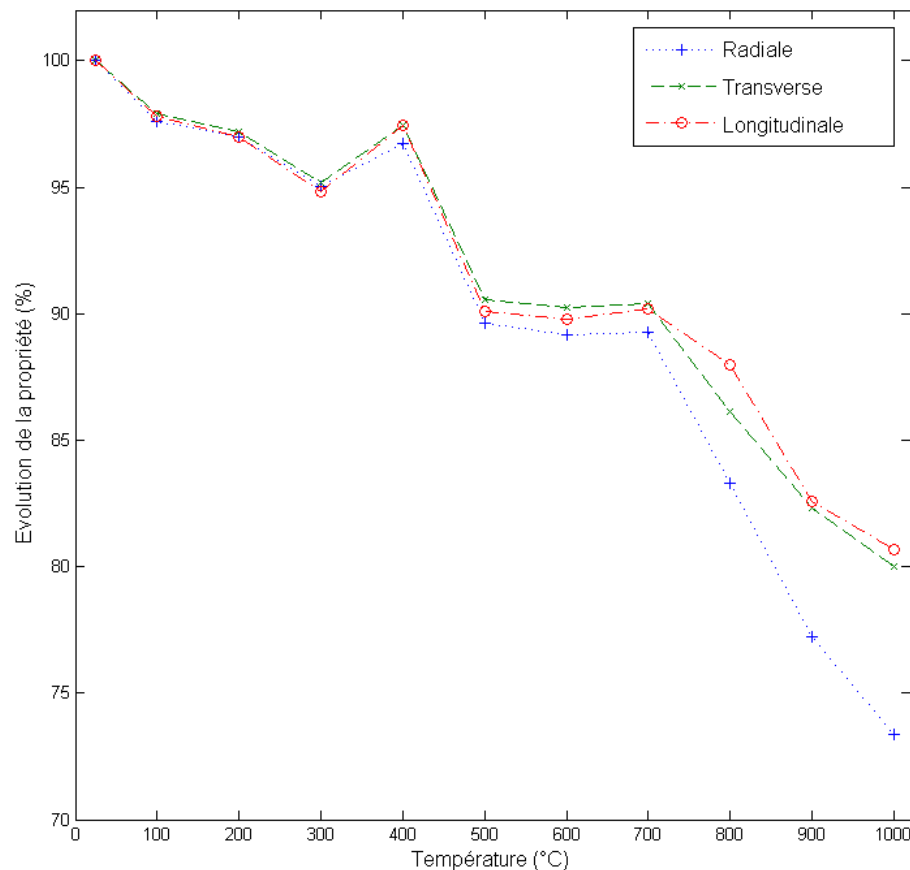


FIGURE 5.18 – Evolution des conductivités thermiques à l'échelle de la gaine en fonction de la température dans les trois directions

Les propriétés thermiques à l'échelle de la gaine dans les trois directions étudiées suivent une évolution similaire à celle du fil avec la température. En effet, comme ceci a été observé à l'échelle des fils, les propriétés effectives de la gaine évoluent en deux étapes. Premièrement, entre 25 et 700 °C, celles-ci varient peu par rapport à leur propriété initiale (de l'ordre de 10%). Enfin, dès 700 °C, les propriétés thermiques chutent plus rapidement jusqu'à atteindre une valeur entre 20 et 25% plus faible que la valeur à 25 °C. La capacité de la gaine à conduire la chaleur dans les sens transverse et longitudinal à 1000 °C est cependant meilleure que celle observée dans le sens radial. Cette différence (de l'ordre de 5%) s'explique par une fraction volumique de fibre plus important à traverser dont les conductivités thermiques sont plus faibles que les autres constituants. En effet, dans les deux autres directions, la chaleur pourra être portée par le tantale ou par la matrice en empruntant des chemins préférentiels.



### 5.5.4 Discussion

Comme cela a déjà été exposé dans les différents chapitres, la structure gaine est développée pour être utilisée au coeur des réacteurs nucléaires de génération IV. Les températures de fonctionnement de ces réacteurs étant de l'ordre de 1000 °C, les propriétés thermiques ont été évaluées jusqu'à cette température. Plus récemment, elles ont été envisagées pour remplacer potentiellement les gaines actuelles en alliage de zirconium dans les réacteurs du parc nucléaire pour tenter d'améliorer la sûreté en cas d'accident de type Fukushima. Les températures de fonctionnement sont de l'ordre de 300 °C.

Les propriétés thermiques calculées à l'échelle du fil et de la gaine pour les différentes applications nucléaires sont résumés en tableaux 5.2 (pour une fraction volumique de fibre de 70%) et 5.3 ; les valeurs affichées sont en  $W.m^{-1}.K^{-1}$ .

TABLE 5.2 – Conductivités thermiques ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ ) calculées aux différentes températures de fonctionnement (°C) dans un fil avec une fraction volumique de fibres de 70%

Température de fonctionnement	Conductivité radiale	Conductivité transverse	Conductivité longitudinale
25 °C	29.8	34.7	44.9
300 °C (REP)	28.7	33.6	43.2
1000 °C (GEN IV)	20.3	23.8	31.2

TABLE 5.3 – Conductivités thermiques ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ ) calculées aux différentes températures de fonctionnement (°C) de la gaine sandwich

Température de fonctionnement	Conductivité radiale	Conductivité transverse	Conductivité longitudinale
25 °C	32.9	50.6	57.4
300 °C (REP)	31.2	48.2	54.5
1000 °C (GEN IV)	24.1	40.5	46.3

Les conductivités calculées dans le fil et au sein de la gaine sont bien évidemment favorables dans le cadre de l'application REP. Il est important de souligner qu'aux températures de fonctionnement des réacteurs de génération IV, les conductivités obtenues respectent encore largement le cahier des charges ( $> 10 W.m^{-1}.K^{-1}$ ). Dans le cas où les décohésions sont faibles, les conductivités thermiques calculées respectent bien les cahiers des charges pour les applications REP et RNR-G. Cependant, deux distinctions doivent être faites :

- Ces valeurs ne prennent pas en compte l'effet de l'irradiation sur les propriétés thermiques. Or, l'irradiation dégrade les performances thermiques de ces matériaux. La conductivité thermique dépend de la température d'irradiation, et est également corrélée à l'amplitude du gonflement [Kat13]. Les conductivités réelles seront donc a priori plus faibles que celles présentées dans les tableaux 5.2 et 5.3.
- Dans le cadre de l'application REP, le fluide caloporteur est de l'eau pressurisée. Les porosités ne seront donc plus comblées par de l'hélium mais par de l'eau. Les valeurs de conductivités thermiques seront donc légèrement impactées par ce changement.

## 5.6 Bilan sur les paramètres influençant les propriétés thermiques pour la conception

Cette partie constitue un bilan de notre étude non-exhaustive de l'influence des paramètres de conception sur les propriétés thermiques. Ces paramètres sont logiquement classés en deux catégories :

- Les paramètres qui n'ont que peu ou pas d'influence sur les propriétés thermiques de la gaine ;
- Les paramètres dont la variation doit obligatoirement être pris en compte pour prétendre à un transfert de chaleur optimal.

Il a été montré que le paramètre "épaisseur de tantale" n'influence que de manière très minime sur les propriétés globales de la gaine. Ensuite, il a été vu que les propriétés thermiques variaient linéairement avec la fraction volumique de fibres au sein du fil. Il faut donc trouver un le meilleur compromis entre une bonne tenue mécanique de l'objet et capacité à conduire la chaleur.

D'autre part, il a été montré que des paramètres influençaient nettement plus les propriétés thermiques de la gaine, et plus particulièrement sur sa capacité à conduire la chaleur dans le sens de son épaisseur. Ainsi :

- la température influence fortement les propriétés thermiques de la gaine, et plus particulièrement aux hautes températures. Dans tous les cas, la gaine sandwich respecte le cahier des charges imposé pour les réacteurs de génération IV puisque les valeurs de conductivités calculées restent supérieures à  $10 \text{ W.m}^{-1}.K^{-1}$  (pour les matériaux étudiés hors irradiation).
- les décohésions entre le liner et les couches composites diminuent la capacité de la gaine à transmettre l'énergie sous forme de chaleur. Il a été montré que quelque soit l'environnement d'étude, la présence de celles-ci faisait chuter les propriétés radiales de manière significative, et ce dès  $1\mu\text{m}$  d'épaisseur.
- l'environnement hélium est plus propice à une bonne conduction de la chaleur. Cette propriété est intéressante puisqu'elle confirme l'influence positive de l'environnement hélium pour les réacteurs de génération IV au gaz.

Nos préconisations à l'issue de ce travail sont la nécessité d'apporter un intérêt tout particulier aux décohésions qui ont un impact significatif sur la conduction de la chaleur. Cependant, différents phénomènes physiques n'ont pas été pris en compte. Ceux-ci auront pour effet de limiter la dégradation des propriétés thermiques de la gaine. En effet,

les différences de coefficients de dilatations en température ont tendance à plaquer les couches composites sur le liner. Ces dilatations auront donc comme conséquence d'améliorer le contact entre les couches constitutives de la gaine sandwich et donc d'améliorer le transfert thermique. En effet, les décohésions qui peuvent être observées sur les micrographies auront donc tendances à être refermées et non accentuées. De plus, à hautes températures, il y a un phénomène de carburation du Tantale. Ce carbure de Tantale étant fortement conducteur il aura donc tendance à élever les propriétés thermiques de la gaine, et notamment dans le sens de l'épaisseur.

## Chapitre 6

# Conclusion et perspectives

Dans cette thèse, il nous a été proposé d'étudier le comportement thermique de structures en composites  $SiC_f/SiC$  tubulaires pour application nucléaire. Les structures de gainage de combustibles, composées d'un liner de tantale intercalé entre deux couches composites, sont complexes. En effet, celles-ci sont multicouches, hétérogènes et fortement diffusives. L'étude de ces matériaux s'est décomposée en deux parties intimement liées :

- une approche expérimentale, dans laquelle nous avons développés des modèles adaptés à nos géométries en vue d'estimer des propriétés thermiques en régime instationnaire ;
- une approche numérique, par le biais d'une démarche matériau "virtuel", au cours de laquelle nous avons développé des techniques permettant de remonter des micrographies de nos matériaux jusqu'à des maillages en vue d'estimer des propriétés thermiques en régime stationnaire. Cette méthode a ensuite permis de confronter le comportement thermique instationnaire simulé à l'expérience.

Dans un premier temps, après avoir comparé différents modèles d'estimation adaptés à nos géométries, une nouvelle approche utilisant la différence des thermogrammes expérimentaux en face avant et en face arrière a été proposée. A partir d'un montage expérimental développé pour les géométries cylindriques, ce modèle a permis d'estimer les diffusivités thermiques de chaque tube composite constitutif de la gaine sandwich. En prenant en compte les densités et les capacités thermiques, nous avons ainsi pu évaluer la conductivité thermique de chacune de ces couches. Enfin, les montages expérimentaux ont été adaptés et utilisés pour l'estimation de propriétés d'échantillons sous contraintes (mécanique et après vieillissement en milieu oxydant).

Dans un second temps, face à la complexité des échantillons, une approche numérique a été proposée pour simuler le comportement thermique de la gaine à partir de micrographies à différentes échelles. Pour ce besoin, les propriétés thermiques des constituants élémentaires des couches composites (à savoir les fibres et la matrice) ont du être renseignées dans le code de calcul thermique. De ce fait, de nouveaux développements expérimentaux ont été menés. Ainsi :

- les propriétés thermiques de la fibre ont pu être mesurées grâce à un montage expérimental développé au LCTS. Les diffusivités thermiques sont estimées grâce à une solution analytique de l'équation de la chaleur 1D pour une excitation laser type créneau ;
- les propriétés thermiques de la matrice ont été étudiées grâce à un nouveau montage expérimental permettant une excitation laser à la surface d'un échantillon dont la réponse thermique est récupérée par une caméra infrarouge via un objectif microscopique. Les diffusivités thermiques sont estimées grâce à une méthode de type SVD.

Les outils numériques utilisés permettent, à partir d'une micrographie d'échantillon, de générer un maillage tétraédrique. Après avoir renseigné les propriétés des constituants élémentaires, des calculs thermiques ont été effectués en deux régimes :

- en régime stationnaire, pour obtenir les propriétés effectives de la gaine sandwich ;
- en régime instationnaire, pour simuler des thermogrammes.

Ces thermogrammes ont pu être ensuite confrontés couche par couche puis sur une tranche de gaine pour être confrontés aux thermogrammes expérimentaux obtenus précédemment.

Finalement, une étude de sensibilités aux paramètres environnementaux et de conception a été menée. Celle-ci aura permis d'identifier les paramètres qui ont un impact significatif sur le transfert de chaleur au sein de la gaine sandwich. En particulier, celle-ci a permis d'évaluer l'impact des décohésions et de la température sur le comportement thermique de la gaine.

L'étude des structures composites  $SiC_f/SiC$  a permis de mettre en exergue le facteur principal de dégradation du transfert de chaleur. En effet, la présence de résistances de contact thermique au sein et entre les couches constitutives de la gaine sandwich ont un effet déterminant sur la conduction de la chaleur, et principalement dans le sens de son épaisseur. Il faut donc apporter un soin particulier pour minimiser ces résistances de contact.

En perspectives de ce travail, trois thèmes importants n'ont pas été abordés faute de temps dans cette thèse, et auraient tendance à influencer très largement le transfert thermique :

- Premièrement, l'effet de l'ENVIRONNEMENT IRRADIÉ n'a pas pu être étudié. L'irradiation neutronique dégrade les propriétés du carbure de silicium selon la température et exerce par conséquent une influence non négligeable sur le transfert thermique ;
- Ensuite, l'influence de la SURPRESSION EN COEUR DE RÉACTEUR n'a pas été discuté. En effet, la différence de pression entre l'intérieur et l'extérieur du tube en conditions de fonctionnement serait supérieur à la dizaine de bars pour les RNR-G. Celle-ci aurait tendance à refermer légèrement les interstices entre les différentes couches du matériau de gainage ;
- Enfin, l'impact de la DILATATION THERMIQUE n'a pas été pris en compte. Celui-ci semble primordial car, comme cela a été discuté dans le chapitre 2, les coefficients de dilatation thermique des couches composites et du liner diffèrent. De ce fait, l'augmentation de la température a tendance à plaquer les couches les unes contre les autres et donc réduire largement les décohésions entre celles-ci. Nous avons vu que ces décohésions agissaient comme des barrières thermiques qui freinent le transfert thermique et font chuter les propriétés dès l'apparition d'une très fine lame. Ainsi, en plaquant les couches les une aux autres, l'impact significatif des résistances thermiques de contact pourrait être très largement atténué.

Les orientations que nous proposons pour poursuivre ce travail sont les suivantes :

- D'une part, il serait intéressant de continuer les études numériques sur la base qui a été développé au cours de cette étude. Ainsi, il serait judicieux de pouvoir considérer la dilatation thermique des couches constitutives de la gaine dans le code de calcul. En effet, les dimensions de ces décohésions pourraient être prises en compte en effectuant un calcul de ces coefficients de dilatation à chaque températures pour se rapprocher davantage de la réalité ;
- D'autre part, de nouveaux montages expérimentaux pourraient être mis en place.

Un premier pour une étude en température, en imaginant par exemple de placer la caméra IR derrière le hublot d'un four. Un second pour une étude des matériaux irradiés, en transposant l'installation du montage expérimental en cellule chaude (derrière une vitre de plomb et avec télémanipulation).

Finalement, les outils expérimentaux et numériques développés au cours de cette thèse constituent une base solide pour être adaptés en conditions réelles (à hautes températures et sous irradiation notamment).

# Bibliographie

- [ABP06] P. Anzieu, B. Bonin, and P. Pradel. *Réacteurs nucléaires à caloporteur gaz*. CEA Saclay ; Groupe Moniteur, 2006.
- [Ayv12] V. Ayvazyan. *Etude de champs de température séparables avec une double décomposition en valeurs singulières : quelques applications à la caractérisation des propriétés thermophysiques des matériaux et au contrôle non destructif*. PhD thesis, Université Bordeaux 1, 2012.
- [Ban05] J. Bansall. *Handbook of Ceramic Composites*. Kluwer Academic Publisher, 2005.
- [BBF] M. Bamford, J-C. Batsale, and O. Fudym. Singular value decomposition of infrared image sequences. application to thermal diffusivity profile estimation after a flash excitation. In *Inverse Problems, Design and Optimization Symposium*. IPDO.
- [BBF04] J-C. Batsale, J-L. Battaglia, and O. Fudym. Autoregressive algorithms and spatially random flash excitation for 2d non destructive evaluation with infrared cameras. *Quantitative InfraRed Thermography Journal*, 1(1) :5–20, 2004.
- [BLM<sup>+</sup>14] J-C. Brachet, C. Lorrette, A. Michaux, C. Sauder, I. Idarrag-Trujillo, M. Le Saux, M. Le Flem, F. Schuster, A. Billard, E. Monsifrot, E. Torres, F. Rebillat, J. Bischoff, and A. Ambard. Cea studies on advanced nuclear fuel claddings for enhanced accident tolerant lwrs fuel. *Contribution of Materials Investigations and Operating Experience to LWR's Safety, Performance and Reliability*, 2014.
- [Bou07] J. Bouchard. Les systèmes nucléaires du futur, génération iv. *Revue Clefs CEA*, (55), 2007.
- [Cab09] J. Cabrero. *Amélioration de la conductivité thermique des composites à matrice céramique pour les réacteurs de 4ème génération*. PhD thesis, Université de Bordeaux 1, 2009.
- [CC09] L. Chen and D. Clarke. A numerical solution based parameter estimation method for flash thermal diffusivity measurements. *Computational Materials Science*, 45(2) :342–348, 2009.
- [Cha07] L. Chaffron. Les systèmes nucléaires du futur, génération iv. *Revue Clefs CEA*, (55), 2007.
- [CKHC96] L. Chekour, J. Krier, R. Halimi, and A. Cornet. Analyse de dépôts pvd de tantale par diffraction x. *Le Journal de Physique IV*, 6(C4) :C4–251, 1996.
- [Cle10] L. Clerjaud. *Méthode d'hétérodynage pour la caractérisation de propriétés thermophysiques par thermographie infrarouge dans une large gamme spatiale et temporelle*. PhD thesis, Université de Bordeaux 1, 2010.



- 
- [CLP<sup>+</sup>15] G. Camus, C. Lorrette, R. Pailler, F. Rebillat, B. Reigner, and F. Teysandier. Matériaux composites à matrice céramique et à renfort par fibres longues. *Techniques de l'ingénieur Céramiques*, base documentaire : TIB578DUO.(ref. article : n4803), 2015.
- [Coi03] O. Coindreau. *Etude 3D de préformes fibreuses : interaction entre phénomènes physico-chimiques et géométrie*. PhD thesis, Université de Bordeaux 1, 2003.
- [Cou04] G. Couégnat. Identification numérique et expérimentale d'un modèle de comportement appliqué à un matériau composite à matrice céramique. *Mémoire de DEA, École de Mines d'Albi-Carmaux*, 2004.
- [Cou08] G. Couégnat. *Approche multiéchelle du comportement mécanique de matériaux composites à renfort tissé*. PhD thesis, Université Sciences et Technologies-Bordeaux I, 2008.
- [CPBD10] L. Clerjaud, C. Pradere, J-C. Batsale, and S. Dilhaire. Heterodyne method with an infrared camera for the thermal diffusivity estimation with periodic local heating in a large range of frequencies (25 hz to upper than 1 khz). *Quantitative InfraRed Thermography Journal*, 7(1) :115–128, 2010.
- [CSL<sup>+</sup>13] L. Chaffron, C. Sauder, C. Lorrette, L. Briottet, A. Michaux, L. Gélébart, A. Coupé, M. Zabiego, M. Le Flem, and J.-L. Séran. Innovative sic/sic composite for nuclear applications. In *EPJ Web of Conferences*, volume 51, page 01003. EDP Sciences, 2013.
- [Cul74] J-P. Cull. Thermal conductivity probes for rapid measurements in rock. *J. Phys. E : Sci. Instrum*, 7(9) :771–774, 1974.
- [Dav10] P. David. Les matériaux pour le nucléaire. *Revue Clefs CEA*, (59) :26–30, 2010.
- [Deg77] A. Degiovanni. Diffusivité et méthode flash. *Revue générale de thermique*, 185 :420–442, 1977.
- [Deg86] A. Degiovanni. Identification de la diffusivité thermique par l'utilisation des moments temporels partiels. *High Temperatures. High Pressures*, 17(6) :683–689, 1986.
- [EY11] J. El Yagoubi. *Effet de l'endommagement mécanique sur les propriétés thermiques de composites à matrice céramique : approche multiéchelle*. PhD thesis, Université de Bordeaux 1, 2011.
- [Ezb86] H. Ezbakhe. *Caractérisation thermiques et mécaniques de matériaux poreux utilisés comme isolants simples ou porteurs*. PhD thesis, Université Claude Bernard-Lyon I, Villeurbanne, 1986.
- [GKG94] M. Gustavsson, E. Karawacki, and S. Gustafsson. Thermal conductivity, thermal diffusivity, and specific heat of thin samples from transient measurements with hot disk sensors. *Review of Scientific Instruments*, 65(12) :3856–3859, 1994.
- [God13] A. Godin. *Estimation sur des bases orthogonales des propriétés thermiques de matériaux hétérogènes à propriétés constantes par morceaux*. PhD thesis, Université Sciences et Technologies-Bordeaux I, 2013.
- [GR14] J. Gaspar and D. Rochais. Rapport d'avancement sur la caractérisation thermique d'une gaine de combustible sic/sic. *Rapport d'avancement interne, CEA-DAM*, 2014.
-

- 
- [Gra06] G Grandclaoudon. Mise au point d'un dispositif expérimental pour la caractérisation thermomécanique de filaments unitaires. *Rapport interne*, 2006.
- [GSG08] T. Gries, J. Stuve, and T. Grundmann. *Ceramic matrix composites : fiber reinforced ceramics and their applications*. Textile Reinforcement Structures, 2008.
- [Gui98] B. Guichet. *Identification de la loi de comportement interfaciale d'un composite SiC/Ti*. PhD thesis, Ecole Centrale de Lyon, 1998.
- [GVC04] J-M. Goyhénèche, G. Vignoles, and O. Coindreau. Modélisation thermique des composites thermostucturaux. In *Congrès Français de Thermique, SFT*, 2004.
- [Hal92] J. Halpin. *Primer on Composite Materials Analysis*. CRC Press, 1992.
- [Hay04] B. Hay. *Mesure de la diffusivité thermique par la méthode flash*. Ed. Techniques Ingénieur, 2004.
- [IN90] J-P. Issi and B. Nysten. Thermal conductivity on carbon fibers : experimental techniques and structural studies. In *International Symposium on Carbon*, volume 1, pages 510–513, 1990.
- [JG05] M. Jacoby and W. Goodman. Material properties of silicon and silicon carbide foams. In *SPIE proceedings series*, pages 58680J–1. Society of Photo-Optical Instrumentation Engineers, 2005.
- [JLR<sup>+</sup>03] J. Jumel, F. Lepoutre, J. Roger, G. Neuer, M. Cataldi, and F. Enguehart. Microscopic thermal characterization of composites. *Review of scientific instruments*, 74(1) :537–539, 2003.
- [JOB91] Y. Jarny, M-N. Ozisik, and J-P. Bardon. A general optimization method using adjoint equation for solving multidimensional inverse heat conduction. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 34(11) :2911–2919, 1991.
- [Kat13] Y. Katoh. Continuous sic fiber, cvi sic matrix composites for nuclear applications : Properties after irradiation effects. 2013.
- [Kaw89] S. Kawabata. Measurements of anisotropic mechanical property and thermal conductivity of single fiber for several high performance fibers. In *Japan-U. S. Conference on Composite Materials, 4 th, Washington, DC*, pages 253–262, 1989.
- [KB77] A. Kavianipour and J-V. Beck. Thermal property estimation utilizing the laplace transform with application to asphaltic pavement. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 20(3) :259–267, 1977.
- [KOS<sup>+</sup>14] Y. Katoh, K. Ozawa, C. Shih, T. Nozawa, R. J Shinavski, A. Hasegawa, and L. Snead. Continuous sic fiber, cvi sic matrix composites for nuclear applications : Properties and irradiation effects. *Journal of Nuclear Materials*, 448(1) :448–476, 2014.
- [Lam08] J. Lamon. Ceramic matrix composites : fiber reinforced ceramics and their applications - interfaces and interphases. pages 49–68, 2008.
- [Lam09] J. Lamon. Micromechanics-based approach to the mechanical behaviour of brittle matrix composites. *Composites science and technology*, 61, 2009.
- [Lau84] M-J. Laubitz. Axial heat flow method of measing thermal conductivity, compendium of thermophysical propretty meausurement methods. *Plenum press, New York*, pages 11–60, 1984.
-

- [LHCX<sup>+</sup>08] E. López-Honorato, C. Chiritescu, P. Xiao, D. Cahill, G. Marsh, and T. Abram. Thermal conductivity mapping of pyrolytic carbon and silicon carbide coatings on simulated fuel particles by time-domain thermoreflectance. *Journal of Nuclear Materials*, 378(1) :35–39, 2008.
- [LN13] C. Lorrette and F. Noel. Mise en place d’un dispositif de mesure thermique pour composite sic/sic tubulaires : réflexion à l’utilisation d’une méthode flash et premiers résultats. *Note technique CEA*, 2013.
- [Lor07] C. Lorrette. *Outils de caractérisation thermophysique et modèles numériques pour les composites thermostructuraux à haute température*. PhD thesis, Université Bordeaux I, 2007.
- [Lor15] Billaud P. Hossepieds C. Sauder C. Loupiau G. Braun J. Torres E. Rebillat F. Michaux A. Bishoff J. Ambard A. Lorrette, C. Sic/sic composite behavior in lwr conditions and under high temperature steam environment. Zurich, Septembre 2015. TOP FUEL.
- [LSC<sup>+</sup>12] C. Lorrette, C. Sauder, L. Chaffron, B. Humez, E. Rohmer, F. Larribau-Lavigne, and M-A. Dourges. Composites sicf/sic pour applications nucléaires-fabrication, propriétés mécaniques et thermiques. *Atelier GEDE-PEON MATINEX, Lyon*, 2012.
- [MAB<sup>+</sup>00] D. Maillet, S. André, J-C. Batsale, A. Degiovanni, and C. Moyne. Thermal quadrupoles. *Wiley & Sons, New-York*, 2000.
- [MP12] J. Michel and G. Pitone. Dilatation et contraintes thermiques dans les solides : application aux bilames. *Union des professeurs de physique et de chimie*, 2012.
- [Nas79] R. Naslain. *Introduction aux matériaux composites : Matrices métalliques et céramiques*. CNRS, 1979.
- [Nas04] R. Naslain. Design, preparation and properties of non-oxide cmcs for application in engines and nuclear reactor : an overview. *Composites Science & Technology*, 64 :155–170, 2004.
- [Nas05] R. Naslain. Sic-matrix composites : non-brittle ceramics for thermostructural application. *International journal of applied ceramic technology*, 2 :75–84, 2005.
- [NC03] R. Naslain and F. Christin. Sic-matrix composite materials for advanced jet engines. *MSR Bulletin*, pages 654 – 658, 2003.
- [NK79] P-E. Nordal and S. Kanstad. Photothermal radiometry. *Physica Scripta*, 20(5-6) :659, 1979.
- [NPL09] R. Naslain, R. Pailler, and J. Lamon. Single and multi layered interphases in sic/sic composites exposed to severe conditions : an overview. *8th international workshop on SiC/SiC ceramic composites for fusion application*, 2009.
- [OSF97] M. Oksanen, R. Scholz, and L. Fabbri. On the longitudinal thermal diffusivity of sic-based fibres. *Journal of materials science letters*, 16(13) :1092–1094, 1997.
- [OSF98] M. Oksanen, R. Scholz, and L. Fabbri. Simple thermal wave method for the determination of longitudinal thermal diffusivity of sic-based fiber. In *Review of Progress in Quantitative Nondestructive Evaluation*, pages 1217–1221. Springer, 1998.

- 
- [PBMD95] I. Philippi, J-C. Batsale, D. Maillet, and A. Degiovanni. Measurement of thermal diffusivities through processing of infrared images. *Review of scientific instruments*, 66(1) :182–192, 1995.
- [PCBD11] C. Pradère, L. Clerjaud, J-C. Batsale, and S. Dilhaire. High speed heterodyne infrared thermography applied to thermal diffusivity identification. *Review of Scientific Instruments*, 82(5) :054901, 2011.
- [PF86] L. Pawlowski and P. Fauchais. The least square method in the determination of thermal diffusivity using a flash method. *Revue de physique appliquée*, 21(2) :83–86, 1986.
- [PJBA61] W. Parker, R. Jenkins, C. Butler, and G. Abbott. Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity. *Journal of applied physics*, 32(9) :1679–1684, 1961.
- [PNH<sup>+</sup>84] L. Piraux, B. Nysten, A. Haquenne, J-P. Issi, M-S. Dresselhaus, and M. Endo. The temperature variation of the thermal conductivity of benzene-derived carbon fibers. *Solid state communications*, 50(8) :697–700, 1984.
- [Pra04] C. Pradere. *Caractérisation thermique et thermomécanique de fibres de carbone et céramique à très haute température*. PhD thesis, Université de Bordeaux 1, 2004.
- [PYBT79] M. Pilling, B. Yates, M. Black, and P. Tattersall. The thermal conductivity of carbon fibre-reinforced composites. *Journal of Materials Science*, 14(6) :1326–1338, 1979.
- [Quo14] S. Quoc. *Caractérisation des propriétés d'un matériau par radiométrie photothermique modulée*. PhD thesis, Université Paris Sud-Paris XI, 2014.
- [Roh13] E. Rohmer. *Caractérisation et modélisation mécanique de tubes composites sicf/sic*. PhD thesis, Université Sciences et Technologies-Bordeaux I, 2013.
- [Ros80] A. Rosencwaig. Thermal wave microscopy with photoacoustics. *Journal of Applied Physics*, 51(4) :2210–2211, 1980.
- [Sal01] D. Salmon. Thermal conductivity of insulations using guarded hot plates, including recent developments and sources of reference materials. *Measurement Science and Technology*, 12(12) :R89, 2001.
- [Sau01] C. Sauder. *Relation microstructure/propriétés à haute température dans les fibres et matrices de carbone*. PhD thesis, Université de Bordeaux 1, 2001.
- [SC06] A. Salazar and R. Celorrio. Application of the thermal quadrupole method to the propagation of thermal waves in multilayered cylinders. *Journal of applied physics*, 100(11) :113535, 2006.
- [SFAM11] A. Salazar, R. Fuente, E. Apiñaniz, and A. Mendioroz. Thermal diffusivity of nonflat plates using the flash method. *Review of Scientific Instruments*, 82(1) :014902, 2011.
- [SGC06] A. Salazar, F. Garrido, and R. Celorrio. Thermal diffusivity of rods, tubes, and spheres by the flash method. *Journal of applied physics*, 99(6) :066116, 2006.
- [Sla64] G. Slack. Thermal conductivity of pure and impure silicon, silicon carbide, and diamond. *Journal of Applied Physics*, 35(12) :3460–3466, 1964.
-

- 
- [SS08] I. Savchenko and S. Stankus. Thermal conductivity and thermal diffusivity of tantalum in the temperature range from 293 to 1800 K. *Thermophysics and Aeromechanics*, 15(4) :679–682, 2008.
- [SSL98] A. Salazar and A. Sanchez-Lavega. Measurements of the thermal diffusivity tensor of polymer-carbon fiber composites by photothermal methods. *International journal of thermophysics*, 19(2) :625–636, 1998.
- [Ste70] H. Stehfest. Algorithm 368 : Numerical inversion of laplace transforms [d5]. *Communications of the ACM*, 13(1) :47–49, 1970.
- [SZHO98] L. Snead, S. Zinkle, J. Hay, and M. Osborne. Amorphization of sic under ion and neutron irradiation. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B : Beam Interactions with Materials and Atoms*, 141(1) :123–132, 1998.
- [TSNZ08] B. Tomková, M. Sejnoha, J. Novák, and J. Zeman. Evaluation of effective thermal conductivities of porous textile composites. *International Journal for Multiscale Computational Engineering*, 6(2), 2008.
- [VBLAS12] G. Vignoles, G. Bresson, C. Lorrette, and A. Ahmadi-Sénichault. Measurement of the thermal diffusivity of a silica fiber bundle using a laser and an ir camera. In *Journal of Physics : Conference Series*, volume 395, page 012079. IOP Publishing, 2012.
- [VWL<sup>+</sup>15] G. Vignoles, P. Weisbecker, J-M. Leyssale, S. Jouannigot, and G. Chollon. Carbones pyrolytiques ou pyrocarbones : des matériaux multiéchelles et multiperformances. *Techniques de l'ingénieur Nanomatériaux : élaboration, propriétés et applications*, base documentaire : TIB195DUO.(ref. article : nm3150), 2015.
- [WSL99] G. Wagoner, K. Skokova, and C. Levan. Angstrom's method for thermal property measurements of carbon fibers and composites. In *The American Carbon Society, CARBON Conference*, 1999.
- [YIT04] R. Yamada, N. Igawa, and T. Taguchi. Thermal diffusivity/conductivity of tyranno sa fiber-and hi-nicalon type s fiber-reinforced 3-d sic/sic composites. *Journal of nuclear materials*, 329 :497–501, 2004.
- [YITJ02] R. Yamada, N. Igawa, T. Taguchi, and S. Jitsukawa. Highly thermal conductive, sintered sic fiber-reinforced 3d-sic/sic composites : experiments and finite-element analysis of the thermal diffusivity/conductivity. *Journal of nuclear materials*, 307 :1215–1220, 2002.
- [YKTH96] T. Yamane, S. Katayama, M. Todoki, and I. Hatta. Thermal diffusivity measurement of single fibers by an ac calorimetric method. *Journal of applied physics*, 80(8) :4358–4365, 1996.
- [YKTH00] T. Yamane, S. Katayama, M. Todoki, and I. Hatta. The measurements of thermal conductivity of carbon fibers. *Journal of Wide Bandgap Materials*, 7(4) :294–305, 2000.
- [YPDB99] A. Yahia and A. Palomo Del Barrio. Thermal systems modelling via singular value decomposition : direct and modular approach. *Applied Mathematical Modelling*, 1999.
- [ZFF00] X. Zhang, S. Fujiwara, and M. Fujii. Short-hot-wire method for the measurement of the thermal conductivity of a fine fibre. *High Temperatures, High Pressures*, 32(4) :493–500, 2000.
-

- [Zha93] X. Zhang. *Méetrologie par méthode quasi-instationnaire : modélisation, identification, et application à la caractérisation des solides*. PhD thesis, Thèse de doctorat de l'INPL, 1993.
- [ZSLG13] M. Zabiégo, C. Sauder, C. Lorrette, and P. Guedeney. Brevet d'invention 2 978 697 a1 : Tube multicouche amélioré en matériau composite à matrice céramique, gaine de combustible nucléaire en résultant et procédés de fabrication associés, 2013.
- [ZTG<sup>+</sup>14] S. Zinkle, K. Terrani, J. Gehin, L. Ott, and L. Snead. Accident tolerant fuels for lwrs : A perspective. *Journal of Nuclear Materials*, 448(1) :374–379, 2014.

## BIBLIOGRAPHIE

---

## BIBLIOGRAPHIE

---



## RÉSUMÉ

Les recherches portant sur le développement des composites réfractaires de type  $SiC_f/SiC$  pour application gainage du combustible des réacteurs de génération IV ont conduit le CEA à s'intéresser au comportement thermique de ces matériaux. En particulier, la connaissance des propriétés thermiques représente un des points clés dans la conception des composants. Au regard du concept « sandwich » dont la complexité de structure et la géométrie cylindrique s'éloigne de celle d'éprouvettes planes classiquement utilisées, les méthodes de mesures usuelles ne conviennent pas.

Ce travail de thèse s'intéresse à la caractérisation et à la modélisation du comportement thermique de ces structures. Une première partie du travail concerne l'identification des paramètres thermiques globaux des différentes couches constitutives d'une gaine « sandwich ». Pour cela, une méthode flash est employée et un banc d'expériences adapté aux géométries tubulaires a pu être développé. L'écriture d'un nouveau modèle d'estimation, fondé sur le couplage des signaux recueillis à la fois en face avant et en face arrière, permet aujourd'hui d'accéder par la mesure à la diffusivité thermique des composites tubulaires via la thermographie infrarouge. Dans une seconde partie de la thèse, une démarche matériau virtuel a été mise en place pour décrire le comportement thermique d'une gaine « sandwich » à partir des propriétés des constituants élémentaires (fibres et matrice). Ces propriétés, obtenues avec deux méthodes d'estimation différentes permettant d'exploiter les mesures de deux expériences distinctes basées sur la thermographie infrarouge, sont utilisées comme données pour la modélisation du transfert thermique au sein de ces gaines. Les confrontations réalisées entre campagnes de mesures et expériences numériques permettent finalement d'appréhender le poids des différents facteurs d'influence qui régissent les transferts thermiques.

**Mots-clés :** Composites  $SiC/SiC$ , diffusivité thermique, thermocinétique, modélisation, relation structure-propriétés

## ABSTRACT

Researches on the development on  $SiC_f/SiC$  refractory composites for generation IV nuclear fuel cladding led the CEA to focus on the thermal behavior of these materials. In particular, knowing the thermal properties is essential for their components design. Regarding the development of the “sandwich” concept, whose complexity and geometry differ from the conventionally used flat tubes, usual measurement methods are unsuitable.

This PhD reports on the characterization and modeling of the thermal behavior of these structures. The first part concerns the identification of the global thermal parameters of the different layers of a “sandwich” sheath. To do so, a flash method is used and an experimental bench suitable for tubular geometries was developed. A new estimation method based on the combination of both collected signals in front and rear faces allows the identification of the thermal diffusivity of tubular composites using infrared thermography. The second part focuses on a virtual material approach, established to describe the thermal behavior of a “sandwich” cladding, starting from the properties of the elementary components (fibers and matrix). These properties, obtained using two different estimation methods, allows exploiting the measurements of two separate experiments based on infrared thermography. They are then used as data for the heat transfer modeling in these ducts. Confrontations between experimental measurements and numerical results finally allow gaining insight into the influence of the different key parameters governing the heat transfer.

**Keywords :**  $SiC/SiC$  composites, thermal diffusivity, thermokinetic, modeling, structure-property relationship